



# CARACTÉRISATION PAR HOLOGRAPHIE ÉLECTRONIQUE ET SIMULATION DU DOPAGE 2D SUR SUBSTRAT SOI ULTRA-MINCE

Ailliot Pierre Laurent Cyril

## ► To cite this version:

Ailliot Pierre Laurent Cyril. CARACTÉRISATION PAR HOLOGRAPHIE ÉLECTRONIQUE ET SIMULATION DU DOPAGE 2D SUR SUBSTRAT SOI ULTRA-MINCE. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université de Grenoble, 2010. Français. NNT : . tel-00587918

**HAL Id: tel-00587918**

**<https://theses.hal.science/tel-00587918>**

Submitted on 21 Apr 2011

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



# UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

## THESE

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE GRENOBLE**

Spécialité nanophysique

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée et soutenue publiquement par

Cyril Ailliot

le 4 novembre 2010

---

**CARACTERISATION PAR HOLOGRAPHIE ELECTRONIQUE ET SIMULATION DU  
DOPAGE 2D SUR SUBSTRAT SOI  
ULTRA-MINCE**

---

Thèse dirigée par François Bertin et codirigé par Pierrette Rivallin

## JURY

Civilité/Nom/Prénom	Fonction et lieu de la fonction	Rôle
Mr François Bertin	Chercheur au LETI (Grenoble)	Directeur de thèse
Mr George Brémont	Professeur à l'INSA Lyon	Examineur
Mme Karine Masenelli-Varlot	Professeur à l'INSA Lyon	Rapporteur
Mme Daniela Munteanu	Chercheur à l'IM2NP (Marseille)	Rapporteur
Mr Ardéchir Pakfar	Ingénieur à STM (Crolles)	Examineur

Thèse préparée au sein du **LETI** dans **L'école doctorale de physique de l'université Joseph Fourier**.

## Abstract

Off-axis electron holography is a transmission electron microscopy (TEM) based technique sensitive to the free carrier concentration. It enables 2D quantitative mapping of the electrostatic potential with a large field of view, and can therefore be compared to process simulation maps. The purpose of this PhD (CIFRE partnership between CEA-LETI and STMicroelectronics) was on one hand to set a protocol for sample preparation and observation by holography, and on the other hand to compare experimental results with TCAD process simulation.

We first studied the influence of instrumental parameters on the signal to noise ratio in holography, and set optimisation rules for holography. Then, on elementary samples, we demonstrated the existence of an inactive layer and a potential underestimation due to TEM induced charges. These effects have been observed on both FIB and tripod prepared samples. The inactive layer is inversely proportional to the dopant concentration, and increase with the amount of crystalline defects induced by FIB at different energies.

Finally, the knowledge of these artefacts enabled a semi-quantitative analysis of the potential in testing *nMOS* transistors on thin silicon film, and a calibration of arsenic implantation and diffusion in silicon. We also studied the practical limitations of holography for TCAD calibration.

## Résumé

L'holographie électronique "off-axis" est une technique de MET sensible à la densité locale de porteurs, elle permet facilement une cartographie 2D du potentiel électrostatique et, par son large champ de vue, une analyse des profils de dopants actifs, directement utilisables pour le calibrage des outils de simulation des procédés.

Les travaux de cette thèse (convention CIFRE entre le CEA-LETI et STMicroelectronics) ont pour objet, d'une part l'établissement de protocoles de préparation des échantillons, d'acquisition des données en holographie électronique, et d'autre part la comparaison entre les résultats de la mesure et ceux de la simulation à l'aide des outils TCAD.

Pour mener cette étude, nous avons, dans un premier temps, étudié l'influence des paramètres du MET sur la résolution spatiale et le niveau de bruit de l'holographie. Puis, sur des échantillons élémentaires, nous avons prouvé la présence d'une couche inactive et mis en évidence les effets de charges induits par le faisceau de mesure. Ces artefacts ont été observés aussi bien dans les échantillons préparés par polissage mécano-chimique que lors de l'usinage des échantillons par FIB. Notre étude montre d'une part que la couche inactive cristalline induite par les défauts ponctuels générés par cette technique est contrôlée par l'énergie du faisceau FIB, et d'autre part, que les charges électriques de l'échantillon créent une sous-estimation du potentiel mesuré, inversement proportionnelle à la concentration de dopants.

Enfin, la maîtrise des artefacts de la technique nous ont permis de caractériser des transistors '*nMOS*' sur film mince de silicium, avec comme objectif le calibrage de l'implantation et la diffusion de l'arsenic. Les limitations d'une utilisation pratique de l'holographie électronique ont été étudiées par la comparaison de cartographies de potentiel électrostatique mesurées par cette technique et simulées par TCAD.

## Remerciements

Je remercie dans un premier temps mes encadrants pour leur patience et leur soutien. Je remercie donc François Bertin, dont la rigueur, aussi bien scientifique que typographique, fut le garant de la qualité de ce document, ainsi que pour sa disponibilité, d'autant plus appréciée qu'elle est habituellement rare chez un directeur de thèse. Je remercie David Cooper pour m'avoir appris à remettre cent fois mon métier sur l'ouvrage, pour m'avoir appris à tomber, me relever, tomber à nouveau, et ainsi de suite jusqu'à ce qu'à obtenir une situation stable. J'ai des remerciements tout particuliers à adresser à Pierrette Rivallin, pour son soutien exceptionnel, et dont la motivation et l'énergie ont su suppléer à mes moments de faiblesse. Sans elle, cette thèse aurait été abandonnée depuis bien longtemps. Mes remerciements également à Ardéchir Pakfar pour sa détermination à la limite du raisonnable, et ses nuits blanches de relecture en état grippal.

Je ne pouvais partir sans remercier les équipes avec qui j'ai pu collaborer : Les équipes d'imagerie MET et de simulation TCAD de STM, ainsi que les laboratoires LCPO et LSCE du CEA Grenoble. Parmi eux, je remercie en particulier Olga Cueto, Roland Pantel, Germain Servanton, et Laurent Clément, avec qui j'ai pu réaliser le travail le plus pointu de cette thèse. Je remercie également l'ensemble des thésards, post-docs, et autres intermittents de la recherche que j'ai eu le plaisir de côtoyer pendant cette thèse : un grand merci donc à Maylis, Khaled et ses bons mots, Matthieu, Clément, Olivier, Aude, Mickael, Madeline, Adeline, Léa, Aurélien, Pierre, Katarina, Emmanuelle, Sébastien, et Stéphane.

Un grand merci également aux proches qui m'ont aidé pour ce travail : Dhjizette, Lalette, Che-meeze, et ma grand-mère. Sur un autre plan, cette thèse n'aurait pas pu aboutir non plus sans l'aide d'Alan Parker, James Hatfield, Olivier Delafosse, Daron Malakian, Jim Morisson, Varpholack, et Kohbi Fahri. En quelques mots finalement : *A tout le monde, à tous mes amis, je vous aime, je dois partir* [1].

## Variables, constantes, et abréviations

L'ensemble du document utilise les unités standard du système international (V, J, m, s, A, etc.). Néanmoins, pour des raisons de clarté, les applications numériques seront parfois données dans des unités non standard (Å, eV, nm). Les valeurs soulignées sont obtenues pour un faisceau électronique accéléré à 200 kV, dans le silicium, à température ambiante.

Symbole	Nom	Unité / Valeur
$\alpha$	Angle de déviation d'un faisceau par un biprisme	<i>rad</i>
$\alpha_0$	Coefficient angulaire de déviation d'un faisceau par un biprisme	<i>rad</i>
$\alpha_{FIB}$	Angle d'incidence d'un faisceau FIB sur une paroi	<i>rad</i>
$\beta_{MET}$	Demi angle d'un faisceau électronique	<i>rad</i>
$\beta_0$	Angle de rotation d'un échantillon dans un MET	<i>rad</i>
$\beta$	Kurtosis statistique d'une courbe	variable
$\gamma$	Asymétrie statistique d'une courbe	variable
$\gamma_0$	Angle de demi illumination d'un hologramme	<i>rad</i>
$\Gamma$	Coefficient électrostatique de déviation d'un faisceau par un biprisme	<i>rad V<sup>-1</sup></i>
$\Gamma_I$	Taux de formation d'interstitiels par implantation ionique	
$\Gamma_V$	Taux de formation de lacunes par implantation ionique	
$\delta$	Résolution spatiale	<i>m</i>
$\epsilon_0$	Permittivité du vide	$8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F m}^{-1}$
$\epsilon_{Si}$	Permittivité dans le Silicium	$1.035 \cdot 10^{-10} \text{ F m}^{-1}$
$\epsilon_{ox}$	Permittivité de l'oxyde	$\text{F m}^{-1}$
$\varphi(\vec{r})$	Phase d'une onde	<i>rad</i>
$\psi$	Distortion de phase dans le vide	<i>rad</i>
$\underline{\lambda}$	Longueur d'onde dans le vide	<u><math>2.51 \text{ pm}</math></u>
$\lambda_{in}$	Longueur d'onde dans un matériau	<i>m</i>
$\lambda_{lpm}$	Libre parcours moyen des électrons	<u><math>120 \text{ nm}</math></u>
$\lambda_{inel}$	Libre parcours moyen inélastique des électrons	<u><math>150 \text{ nm}</math></u>
$\lambda_{SCE}$	Longueur de charge espace caractéristique du canal d'un dispositif	<i>m</i>

Symbole	Nom	Unité / Valeur
$\mu$	Visibilité des franges d'interférence	sans unité
$\rho_{Si}$	Densité volumique du silicium	$5 \cdot 10^{22} \text{ at } m^{-3}$
$\rho_{p-n}$	Résistivité de silicium	$\Omega \text{ } m^{-1}$
$\rho$	Charge volumique totale	$C \text{ } m^{-3}$
$\sigma_{\varphi}$	Bruit de phase	$rad$
$\sigma_{inel}$	Section efficace d'interaction inélastique	$m^2$
$\sigma_{el}$	Section efficace d'interaction élastique	$m^2$
$\tau_{GaSi}$	Taux de pulvérisation du silicium par le gallium	
$\vec{\xi}$	Champ électrostatique de répartition de charge	$V \text{ } m^{-1}$
$A(\vec{r})$	Amplitude en holographie	
$\vec{A}$	Potentiel vecteur magnétique	$V \text{ } s \text{ } m^{-1}$
$c$	Vitesse de la lumière dans le vide	$2.998 \cdot 10^8 \text{ } m \text{ } s^{-1}$
$C_s$	Coefficient d'aberration chromatique	$m$
$C_s$	Coefficient d'aberration sphérique	$m$
$C_E$	Coefficient phase-potentiel	$7.29 \cdot 10^{-3} \text{ } rad \text{ } nm^{-1} V$
$C_{Ga}(z)$	Concentration FIB de gallium	$m^{-3}$
$C_I(z)$	Concentration FIB d'interstitiels	$m^{-3}$
$C_V(z)$	Concentration FIB de lacunes	$m^{-3}$
$d_{Si}$	Paramètre de maille du silicium	$5.341 \cdot 10^{-10} \text{ } m$
$D_{Ga}$	Dose équivalente de gallium	$m^{-2}$
$D_{GaMC}$	Dose Monte Carlo de gallium	$m^{-2}$
$e$	Charge de l'électron	$-1.602 \cdot 10^{-19} \text{ } C$
$E$	Energie cinétique des électrons balistiques	$J$
$E_0$	Energie de masse restante de l'électron	$8.18 \cdot 10^{-14} \text{ } J$
$E_C$	Energie de la bande de conduction	$J$
$E_f$	Energie du niveau de Fermi	$J$
$E_{fi}$	Energie du niveau de Fermi intrinsèque	$J$
$E_V$	Energie de la bande de valence	$J$
$f$	distance focale	$m$
$G_p$	Taux de création de trous sous faisceau MET	$m^{-3} \text{ } s^{-1}$
$G_n$	Taux de création d'électrons sous faisceau MET	$m^{-3} \text{ } s^{-1}$
$h$	Constante de Planck	$6.626 \cdot 10^{-34} \text{ } J \text{ } s$
$k$	Norme du vecteur d'onde	$rad \text{ } m^{-1}$
$k_B$	Constante de boltzmann	$1.30 \cdot 10^{-23} \text{ } J \text{ } K^{-1}$
$m_0$	Masse au repos de l'électron	$9.109 \cdot 10^{-31} \text{ } kg$

Symbole	Nom	Unité / Valeur
$N_a$	Concentration de dopants 'p'	$m^{-3}$
$N_d$	Concentration de dopants 'n'	$m^{-3}$
$N_c$	Densité d'états de la bande de conduction	$3.2 \cdot 10^{19} \text{cm}^{-3}$
$N_v$	Densité d'états de la bande de valence	$1.8 \cdot 10^{19} \text{cm}^{-3}$
$n_i$	Concentration intrinsèque des porteurs dans le silicium	$1.4 \cdot 10^{10} \text{at cm}^{-3}$
$n$	Concentration d'électrons $e^-$	$m^{-3}$
$p$	Concentration de trous $h^+$	$m^{-3}$
$p_m$	Quantité de mouvement	$kg \cdot m \cdot s^{-1}$
$q$	Différence de vecteurs d'ondes	$rad \cdot m^{-1}$
$r_{bip}$	Rayon du biprisme	$m$
$R_P$	Profondeur moyenne d'implantation, également premier moment d'une courbe	$m$
$R_C$	Rayon caractéristique de l'aberration chromatique	$m$
$R_{sph}$	Rayon caractéristique de l'aberration sphérique	$m$
$S_1$	Source secondaire de référence	
$S_2$	Source secondaire objet	
$t_{amo}$	épaisseur amorphe	$m$
$t_{ina}$	épaisseur inactive cristalline	$m$
$t_{eff}$	épaisseur efficace	$m$
$t_{lim}$	épaisseur limite d'influence électrostatique	$m$
$T_{img}$	Interfrange rapporté au plan image	$m$
$T_{obj}$	Interfrange rapporté au plan objet	$m$
$V$	Tension d'accélération d'un MET	$V$
$V_{bip}$	Potentiel du biprisme	$V$
$V_{in}$	Potentiel électrostatique	$V$
$V_m$	Potentiel moyen interne	$V$
$V_0$	Composante fixe du potentiel moyen interne	$V$
$V_{dop}$	Composante du potentiel moyen interne lié au dopage	$V$
$V_{mid}$	Potentiel moyen	$V$
$W_{dop}$	Largeur de déplétion d'une jonction	$m$
$W_{obj}$	Largeur d'hologramme rapporté au plan objet	$m$
$W_{img}$	Largeur d'hologramme rapporté au plan image	$m$
$x_{ch}$	Position de jonction chimique	$m$
$x_{el}$	Position de jonction électrique	$m$
$x_{V_{MID}}$	Position du potentiel moyen	$m$
$Z$	Numéro atomique	
<b>conversions</b>		
1 eV	$1.6 \cdot 10^{-19} J$	
1 Å	$10^{-10} m$	
1 tr	$2\pi rad$	

Abréviation	Signification
APT	Atom Probe Tomography
BCA	Binary Collision Approximation
BIC	Boron Interstitial Cluster
BOX	Burried OXide
CBED	Convergent Beam Electron Diffraction
CCD	Coupled Charge Device
CFEG	Cold Field Emission Gun
DIBL	Drain Induced Barrier Lowering
EELS	Electron Energy Loss Spectroscopy
EFM	Electric Force Microscopy
FDSOI	Fully Depleted Silicon On Insulator
FEG	Field Emission Gun
FET	Field Effect Transistor
FIB	Focused Ion Beam
HR	Haute Résolution
HRBS	High resolution Rutherford Back Scattering
IBAD	Ion Beam Assisted Deposition
IBAE	Ion Beam Assisted Etching
ITRS	International Technology Roadmap for Semiconductors
KFM	Kelvin Force Microscopy
LEAP	Local electrode Atom Probe
MC	Monte Carlo
MEB	Microscope Electronique en Balayage
MEIS	Medium Energy Ion Scattering
MET	Microscope Electronique en Transmission
MIS	Metal Insulator Semiconductor
MOS	Metal Oxide Semiconductor
NED	Nitridation Enhanced Diffusion
OED	Oxidation Enhanced Diffusion
PSF	Point Spreading Function
SA	Selection Aperture
SCM	Scanning Capacitance Microscopy
SIMS	Secondary Emission Ion Spectroscopy
SNR	Signal to Noise Ratio
SOI	Silicon On Insulator
SPM	Scanning Probe Microscopy
SSRM	Scanning Spreading Resistance Microscopy
STEM	Scanning Transmission Electron Microscopy
TCAD	Technology Computer Aided Design
TED	Transient Enhanced Diffusion
UV	Ultra Violet
ZLP	Zero Loss Pike



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>9</b>
<b>I Caractérisation et simulation des dopants dans les films minces</b>	<b>11</b>
I.1 Propriétés des dopants dans le silicium . . . . .	11
I.2 Fonctionnement du transistor et intérêt des architectures sur film mince de silicium .	12
I.3 Caractérisation 2D des dopants . . . . .	15
I.3.1 La Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS) . . . . .	15
I.3.2 La sonde atomique tomographique . . . . .	16
I.3.3 La Kelvin Force Microscopy (KFM) . . . . .	17
I.3.4 La Scanning Capacitance Microscopy (SCM) . . . . .	18
I.3.5 La Scanning Spreading Resistance Microscopy (SSRM) . . . . .	18
I.3.6 La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) . . . . .	19
I.3.7 Les pertes d'énergie (EELS et EDX) . . . . .	20
I.3.8 L'Holographie électronique . . . . .	21
I.4 Modèles de simulation de procédé . . . . .	23
I.4.1 Implantation ionique . . . . .	23
I.4.2 Diffusion des dopants . . . . .	25
I.4.3 Comportement aux interfaces . . . . .	29
I.5 Caractérisation des dopants et simulation numérique . . . . .	32
I.6 Conclusion : l'holographie électronique pour assister la simulation numérique . . . . .	33
<b>II Holographie électronique "off-axis"</b>	<b>34</b>
II.1 Physique de l'holographie . . . . .	34
II.1.1 Formation de l'hologramme par l'expérience des fentes de Young . . . . .	34
II.1.2 Sensibilité de la phase d'une onde au potentiel électrostatique . . . . .	41
II.1.3 Formation de potentiel dans une jonction $p-n$ . . . . .	42
II.2 L'holographie électronique "off axis" en microscopie électronique en transmission . .	48
II.2.1 Influence des propriétés du faisceau électronique sur les performances de l'holographie . . . . .	49
II.2.2 Manifestation d'artefacts induits par l'échantillon . . . . .	53
II.2.3 Implémentation optique de l'holographie en microscopie électronique . . . . .	55
II.3 Résolution spatiale et bruit en holographie électronique . . . . .	59
II.3.1 Analyse statistique du bruit en holographie . . . . .	59
II.3.2 Influence du potentiel du biprisme . . . . .	61
II.3.3 Influence de l'intensité du faisceau . . . . .	62
II.3.4 Influence du temps d'acquisition . . . . .	63
II.4 Conclusion : holographie électronique "off axis" . . . . .	64

<b>III Préparation d'échantillons et holographie électronique</b>	<b>67</b>
III.1 Préparation d'échantillon . . . . .	67
III.1.1 La préparation d'échantillons par faisceau d'ions . . . . .	67
III.1.2 La préparation d'échantillons par polissage tripode . . . . .	70
III.2 Simulation du profil de défauts et de gallium lors de la gravure ionique . . . . .	73
III.3 Stratégie d'exploitation d'échantillons . . . . .	78
III.3.1 Calcul d'épaisseur du silicium dans l'échantillon . . . . .	79
III.3.2 Calcul de saut de potentiel . . . . .	81
III.4 Etude des effets de charge sur échantillons préparés par tripode . . . . .	85
III.5 Influence des défauts ponctuels surfaciques en holographie . . . . .	94
III.6 Conclusion : perspectives d'application de l'holographie aux transistors sur film . . . . .	96
<b>IV Caractérisation et simulation de dispositifs sur film de silicium</b>	<b>99</b>
IV.1 Etude de dispositifs de test par simulation et holographie . . . . .	99
IV.1.1 Présentation des dispositifs de test . . . . .	99
IV.1.2 Le potentiel électrostatique pour caractériser un transistor . . . . .	101
IV.1.3 Caractérisation de dispositifs de test par holographie électronique . . . . .	105
IV.2 Etude complète d'un transistor réel par Electron Energy Loss Spectroscopy, hologra- phie, et simulation . . . . .	110
IV.2.1 Présentation du dispositif . . . . .	110
IV.2.2 Résultats . . . . .	113
IV.3 Conclusion : étude de dispositifs sur film . . . . .	116
<b>Conclusion</b>	<b>118</b>
<b>ANNEXES</b>	<b>136</b>
<b>A : Modèle de formation de défauts par FIB</b>	<b>136</b>
<b>B : Transistors de test As_1, As_2, et As_3.</b>	<b>141</b>
<b>C : Publications réalisées par l'auteur</b>	<b>144</b>

# Introduction

La réduction de la taille des composants de la microélectronique et l'émergence de nouvelles architectures induisent d'une part la nécessité de calibrer les modèles de diffusion de dopants utilisés dans les simulateurs de procédés de fabrication et, d'autre part, un besoin de caractérisation 2D spatialement résolue ( $< \text{nm}$ ) et quantitative de la densité locale des porteurs.

L'holographie électronique "off-axis" est une des techniques de MET<sup>1</sup> répondant partiellement à ce besoin. En effet, cette technique étant sensible à la densité locale de porteurs, elle permet facilement le délinéament d'une jonction. De plus, cette technique possède un large champ de vue permettant des cartographies 2D du potentiel électrostatique sur un dispositif entier.

Les travaux de cette thèse ont pour objectif d'une part l'établissement de protocoles de préparation des échantillons, d'acquisition des données en holographie électronique, et d'autre part la comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux simulés à l'aide des outils TCAD<sup>2</sup> (*SPROCESS* de *SYNOPTIS*). Enfin, les limites de l'holographie électronique comme outil d'aide à la simulation des procédés sont évaluées.

Parmi les dispositifs de la micro-électronique, nous avons étudié des transistors fabriqués dans des films minces de silicium sur oxyde enterré (ou transistor SOI<sup>3</sup>). Ce type de substrat constitue un axe important de recherche et développement dans l'industrie des semi-conducteurs.

Dans le premier chapitre, nous situons l'holographie électronique par rapport à l'état de l'art en matière de mesure des dopants. Les critères retenus pour comparer les différentes techniques sont : leur résolution spatiale, leur sensibilité et leur dynamique de mesure. Notons que ces techniques se classent en trois catégories, celles qui sont sensibles à la concentration des dopants (SIMS ou l'APT), celles qui analysent la densité de porteurs (SSRM, SCM) et celles qui sont sensibles au travail de sortie ou au potentiel électrostatique (KFM, Holographie électronique). Nous décrivons également les modèles de simulation de procédés utilisés lors de nos travaux et l'état de l'art relatif à l'association de la caractérisation physico-chimique à la simulation TCAD.

Dans le second chapitre, nous détaillons l'holographie électronique et les traitements numériques à appliquer à un hologramme de manière à obtenir une cartographie du potentiel. Les performances ultimes de la technique pour la mesure de dopants sont évaluées. En pratique les performances telles que la limite de résolution spatiale et la sensibilité sont fixées par des facteurs instrumentaux. Nous montrerons comment choisir ces paramètres instrumentaux de manière à optimiser la qualité des hologrammes.

---

1. Microscopie Electronique en Transmission. L'acronyme est également utilisé pour l'appareil : le Microscope Electronique en Transmission

2. Technology Computer Aided Design

3. Silicon On Insulator

Dans le troisième chapitre, nous étudions l'influence de la préparation d'échantillons sur des jonctions  $p-n$  réalisées par épitaxie. Dans un premier temps, l'influence de la création de charges créées par le faisceau électronique est étudiée dans des échantillons préparés par polissage mécano-chimique. Dans un deuxième temps, nous étudions l'influence de la préparation de lamelles par FIB<sup>4</sup> sur la qualité des mesures par holographie électronique. Le FIB est connu pour générer une couche amorphe et une couche inactive. Nous proposons un modèle de génération de défauts introduits par la préparation FIB. Enfin, nous cherchons à reproduire par simulation les résultats expérimentaux en prenant en considération les défauts générés lors de la préparation d'échantillons et les problèmes liés à l'accumulation des charges induites pendant la mesure par faisceau d'électron du MET.

Le quatrième chapitre débute par l'étude de l'implantation et la diffusion de l'arsenic, un dopant de type  $n$ , dans des transistors de test sur film mince (30 nm). Plusieurs paramètres d'implantation (énergie, dose) ont été utilisés. Nous avons préparé nos échantillons par FIB à basse énergie (5 keV), en utilisant une technique de gravure en face arrière. Nous avons privilégié l'observation de la position de la jonction par rapport à l'évaluation de la concentration de dopage. Dans ces travaux, la simulation de potentiel électrostatique s'appuie sur une simulation TCAD de la répartition de dopants, puis sur la résolution des équations permettant d'obtenir la répartition des porteurs de charge. En seconde partie de ce chapitre, nous utilisons les résultats des chapitres précédents pour analyser un transistor long (60 nm de largeur de grille) sur un film de 8 nm de silicium. Nous l'observons conjointement en holographie et par EELS<sup>5</sup>, une technique de MET permettant une cartographie chimique<sup>6</sup>, puis nous comparons les cartographies obtenues à la simulation TCAD. Cette étude permet d'illustrer par un cas réel l'apport de l'EELS et de l'holographie à la calibration des outils de simulation.

---

4. Focused Ion Beam

5. Electron Energy Loss Spectroscopy

6. Ces observations ont été conduites en collaboration avec l'équipe MET de STMicroelectronics.

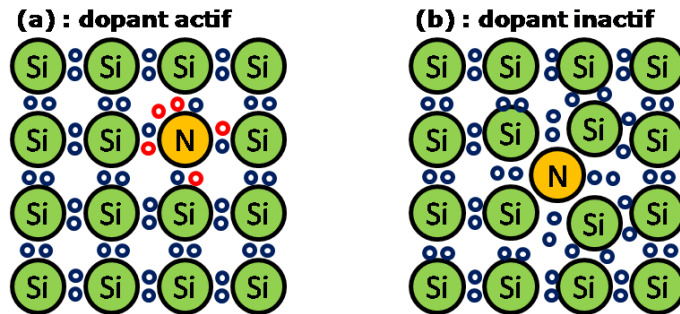
# Chapitre I

## Caractérisation et simulation des dopants dans les films minces

### I.1 Propriétés des dopants dans le silicium

Une propriété importante des semi-conducteurs consiste en la possibilité de modifier d'une part leur résistivité, et d'autre part leur type ( $n$  ou  $p$ ) en incorporant dans leur matrice des impuretés nommées dopants. La configuration électronique du silicium est  $[Ne]3s^23p^2$ . En formant 4 liaisons covalentes dans un système tétraédrique, les atomes de silicium saturent leur couche électronique externe (figure (I.1)(a)). L'agencement régulier de ces tétraèdres résulte en une structure de type diamant.

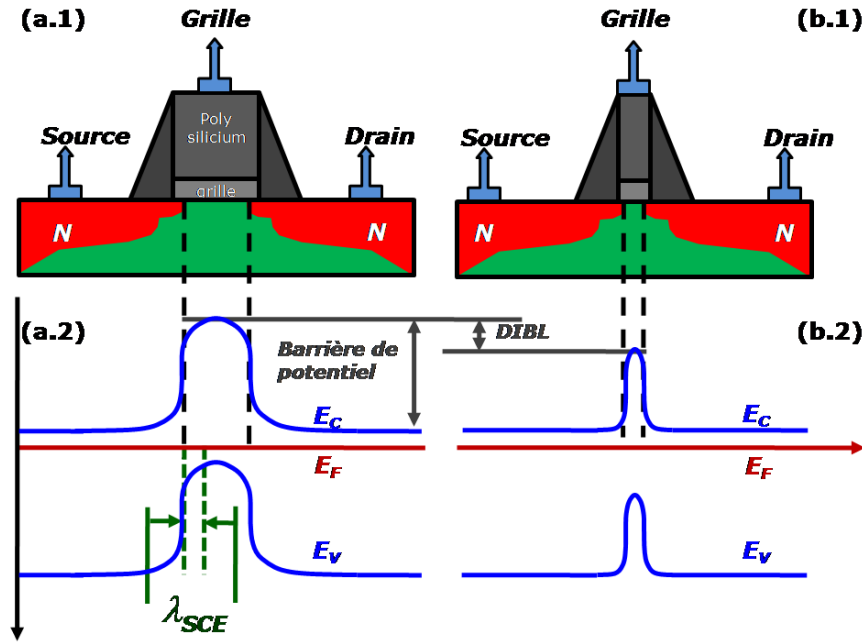
Les dopants sont des atomes ayant un électron de plus que le silicium (dopants de type  $n$ ) ou un électron de moins que le silicium (dopant de type  $p$ ). Le phosphore, l'arsenic et l'antimoine sont des dopants de type  $n$ . Ces impuretés donneuses, de concentration  $N_d$ , introduisent un électron libre  $e^-$  pouvant participer à la conduction du courant, comme illustré dans la figure (I.1). Le bore et le gallium sont des impuretés accepteuses de concentration  $N_a$ . Ce sont des dopants de type  $p$ , qui piègent un électron du cristal. Ce manque crée un porteur dénommé trou et noté  $h^+$  qui permet également la conduction du courant. Seuls les dopants en site substitutionnel sont actifs, car ils partagent leurs électrons de valence avec la matrice. Un dopant en site interstitiel (figure (I.1)(b)) est électriquement inactif.



**FIGURE I.1** – Schéma d'une impureté dopante de type  $n$  en site actif (a) et inactif (b), dans le silicium. En position substitutionnelle, l'impureté partage ses électrons de valence, introduisant des modifications de structure électronique. En site interstitiel, le dopant n'a pas d'effet sur la structure de bande.

Le dopage des semi-conducteurs est réalisé actuellement par implantation ionique, suivi d'un recuit d'activation. Le recuit d'activation a pour objectif de placer les dopants en site substitutionnel et de guérir les défauts d'implantation.

## I.2 Fonctionnement du transistor et intérêt des architectures sur film mince de silicium



**FIGURE I.2** – Schémas (\*.1) et diagrammes de bandes d'énergie (\*.2) de transistor à canal long (a) et à canal court (b). L'étendue de la zone de charge d'espace du drain et de la source introduit une courbure de bande caractérisée par le paramètre  $\lambda_{SCE}$ . Cette distance détermine la longueur de canal minimale au-delà de laquelle les effets de canal court et d'abaissement de la barrière de potentiel se manifestent, comme le montre la comparaison entre les diagrammes d'énergie du transistor long (a) et du transistor court (b).

Le fonctionnement électronique d'un transistor *nMOS* est schématisé dans la figure (I.2). Le dopage du canal crée une barrière de potentiel pour les électrons du drain et de la source. Un contrôle électrostatique de la grille permet de baisser cette barrière jusqu'à rendre le canal passant.

La caractéristique principale d'un transistor est sa longueur de grille, qui détermine l'espacement entre les zones de dopage de source et de drain. Or, comme illustré sur la figure (I.2), la longueur effective du canal peut être différente de la longueur entre les deux jonctions *p-n* du transistor. Désignons par le terme "jonction chimique" le point de juxtaposition d'une région dopée *p* et d'une région dopée *n*. Comme nous le détaillerons dans le dernier chapitre, l'écart entre les jonctions chimiques ne représente pas directement la longueur effective du canal. La longueur effective est fonction des profils de dopants et de l'architecture du dispositif et détermine le comportement électrique du transistor.

Dans un transistor, le champ électrostatique latéral de la source et du drain se manifeste sur une distance caractéristique  $\lambda_{SCE}$ <sup>1</sup>, la longueur de déplétion caractéristique d'un dispositif. Comme illustré dans la figure (I.2)(b), dans les canaux courts ( $L_C < 10 \times \lambda_{SCE}$ ) [2], la courbure de bande latérale de chaque coté du canal abaisse la barrière de potentiel dans le canal<sup>2</sup>. La miniaturisation des dispositifs, de génération en génération, a été possible grâce à de nombreuses innovations technologiques [3], dont les substrats SOI.

L'utilisation d'un film de silicium isolé d'épaisseur  $Ep_{Si}$  modifie l'expression de la longueur caractéristique d'un dispositif et permet ainsi de contrôler le DIBL<sup>2</sup>. En effet [2] :

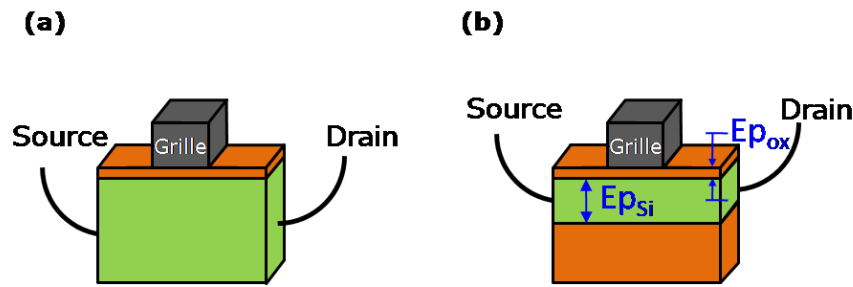
$$\lambda_{SCE} = \sqrt{\frac{\epsilon_{Si}}{\epsilon_{ox}} Ep_{Si} Ep_{ox}}, \quad (I.1)$$

où  $\epsilon_{Si}$  et  $\epsilon_{ox}$  sont respectivement la permittivité dans le silicium et dans l'oxyde de silicium ( $SiO_2$ ),  $Ep_{ox}$  l'épaisseur de l'oxyde de grille et  $Ep_{Si}$  l'épaisseur du film de silicium (voir figure (I.3)(b)). L'ajout d'un oxyde enterré permet de confiner la source et le drain et améliore le contrôle électrostatique de la grille.

Grâce au meilleur contrôle électrostatique, les dispositifs SOI sont plus rapides à même tension d'alimentation. La technologie est adaptée aux applications hautes fréquences (gain de 30% de temps de commutation), ou aux applications à basse consommation (baisse de 50% de puissance dissipée) moyennant un sacrifice du temps de commutation contre une tension plus faible [4].

Les dispositifs SOI présentent d'autres avantages.

- Par rapport à des MOS sur substrat massif, où les dispositifs sont tous connectés au substrat, le SOI apporte la possibilité d'isoler chaque transistor réduisant les courants de fuite et la consommation électrique [5].
- Grâce à la présence de l'oxyde en face arrière, les dispositifs sont également résistants à l'irradiation [6], ce qui a motivé l'utilisation du SOI en premier lieu pour les applications spatiales.
- Grâce à la technologie *smartcut*©[7], le coût de production du substrat SOI à l'échelle industrielle est réduit, les transistors FDSOI<sup>3</sup> sont utilisés dans les applications de grande consommation.



**FIGURE I.3** – Comparaison entre un transistor sur substrat massif (a) et un transistor sur film mince de silicium (b). L'utilisation de l'architectures SOI confine le canal de conduction et permet un meilleur contrôle électrostatique [2].

1.  $\lambda_{SCE}$  est une mesure de la longueur de charge d'espace latérale de la source et du drain dans un le canal, issu de la résolution des équations de Poisson dans le canal, dont le calcul exact est détaillé dans [2]

2. DIBL : Drain Induced Barrier Lowering

3. Fully Depleted Silicon On Insulator

Dans les transistors FDSOI, les jonctions s'étendent verticalement entre l'oxyde enterré et l'oxyde de grille et l'intégralité du canal est une zone de déplétion. Il n'y a donc, au repos, aucun porteur dans le canal. Dans un transistor standard, un potentiel permet d'abord de vider la zone sous la grille des porteurs majoritaires, puis d'inverser la population pour créer un canal. Les FDSOI étant vides initialement, ils réagissent à un potentiel plus faible. Il est parfois nécessaire, par contre, d'imposer un voltage opposé pour garder un canal fermé.

La simulation physique des structures SOI doit prendre en compte plusieurs effets innovants influençant la diffusion des dopants : les dimensions réduites du canal exigent un raffinement des modèles de diffusion et la présence de l'oxyde enterré<sup>4</sup> introduit des phénomènes de diffusion à l'interface Si-SiO<sub>2</sub>. De plus, la diffusion des dopants à travers les interfaces influence la diffusion latérale des zones actives source et drain et la longueur effective du canal. Ces phénomènes montrent l'importance d'une visualisation 2D des dopants.

Les transistors étudiés dans cette thèse présentent les propriétés suivantes :

- une épaisseur de film de silicium entre 5 nm et 30 nm,
- des longueurs de canal  $> 50$  nm,
- des niveaux de dopage de  $10^{15}$  at.cm<sup>-3</sup> à  $10^{21}$  at.cm<sup>-3</sup>,

Nous étudierons également des diodes *p-n* avec des concentrations de dopants entre  $10^{17}$  at.cm<sup>-3</sup> et  $10^{19}$  at.cm<sup>-3</sup>.

---

4. aussi appelé BOX : Burried OXide



### I.3 Caractérisation 2D des dopants

Les différentes techniques de caractérisation 2D de dopants existantes doivent être estimées en fonction de leur résolution spatiale et de leur dynamique de mesure des concentrations. Des considérations pratiques comme le placement précis de la zone de mesure, le champ de vue et le temps de préparation sont également à prendre en compte. Enfin, les techniques se distinguent entre celles qui mesurent la concentration chimique et celles qui mesurent la concentration de dopants activés.

#### I.3.1 La Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS)

La SIMS consiste à pulvériser la surface d'un échantillon à l'aide d'un faisceau d'ions primaires (figure (I.4)(a)), puis à analyser les ions secondaires produits par l'impact [8]. La concentration en profondeur d'une espèce correspond au rapport entre les ions secondaires caractéristiques de cet atome évalué et les ions secondaires caractéristiques de la matrice. La sensibilité limite de cette technique est inférieure à  $10^{15} \text{at.cm}^{-3}$  [9], par exemple, lors de l'analyse du bore dans du silicium.

En pratique, la SIMS permet de déterminer les profils de dopants dans le silicium avec une reproductibilité de l'ordre de 1% [10, 11]. Le diamètre du faisceau primaire est de quelques  $\mu\text{m}$ , la zone balayée ayant quant à elle une taille inférieure à  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ . Des tailles de faisceaux aussi faibles que  $50 \text{ nm} \times 50 \text{ nm}$  et de  $100 \text{ nm} \times 100 \text{ nm}$  ont été obtenues respectivement pour des ions primaires  $\text{Cs}^+$  [12] et pour des ions primaires  $\text{O}_2^+$  [13]. La SIMS est, grâce à sa sensibilité et sa grande dynamique, une technique incontournable pour les mesures de profil de dopant dans des zones de test dédiées.

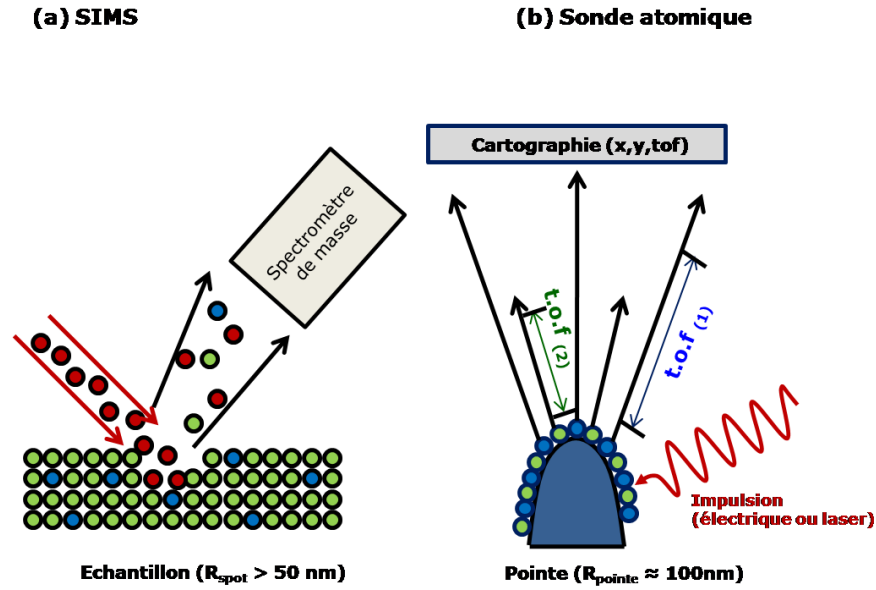
Lors de l'impact des ions primaires, des atomes de l'échantillon sont repoussés dans le volume induisant un mixage collisionnel des espèces. Ce mélange détermine, *in fine*, la limite physique de la résolution en profondeur de la SIMS [14] qui varie avec l'énergie et la nature des ions primaires. Les ions  $\text{O}_2^+$  et  $\text{Cs}^+$  sont les plus couramment utilisés. A basse énergie, ils ont permis d'atteindre, sur des couches de SiGe épitaxiées sur Si, des résolutions de 1 à 2 nm ( $\text{O}_2^+$  à 150 eV [15],  $\text{Cs}^+$  à 500 eV [16, 17, 18]). Des résolutions similaires ont été obtenues pour la mesure de la concentration du bore [19] et de l'arsenic [20] dans le silicium. Toutefois, la variation de la vitesse d'abrasion lors des premières couches pulvérisées introduit une incertitude sur la localisation des dopants dans les premiers nanomètres du profil. Cet écart est critique pour la caractérisation des jonctions ultrafines et, bien qu'il puisse être réduit [21], des techniques complémentaires de telles que la MEIS<sup>5</sup> ou le HRBS<sup>6</sup> peuvent être utilisées [22, 23, 24].

Une solution possible pour améliorer la résolution de la SIMS consiste à s'affranchir du faisceau primaire soit par pulvérisation laser (technique mise en œuvre dans la sonde atomique [25]) soit par réaction chimique assistée par faisceau d'électrons. Cette dernière solution, nommée SIMS à énergie nulle [26], permet en principe d'obtenir la résolution atomique en profondeur et une résolution latérale de 2 – 3 nm. La résolution latérale est fixée par la taille du faisceau électronique. Cette technique, encore en développement, a permis de caractériser le bore avec une résolution en profondeur de 1,5 nm [26, 27].

---

5. Medium Energy Ion Scattering

6. High Resolution Back Scattering



**FIGURE I.4** – Schéma de principe de la SIMS (a) et de la sonde atomique (b). En SIMS, un faisceau d'ions primaire est dirigé sur l'échantillon, dont il pulvérise la surface. Un spectromètre de masse analyse les atomes pulvérisés (substrat, espèces chimiques du faisceau, impuretés dopantes) et fournit la mesure de la concentration en profondeur des espèces chimiques de l'échantillon. L'atome probe pulvérise les atomes par monocouche atomique, ce qui lui donne une résolution atomique en profondeur ( $z$ ). L'écran collecteur recueille la position ( $x, y$ ) des atomes avec une résolution  $< 0,5 \text{ nm}$  et leur temps de vol ( $t.o.f$  : time of flight), permettant la discrimination des espèces chimiques et une grande sensibilité chimique [28]

### I.3.2 La sonde atomique tomographique

Une sonde atomique tomographique est un microscope analytique fournissant des images tridimensionnelles d'un volume avec une résolution atomique [29, 30, 31]. La sonde atomique peut être assimilée à un microscope à projection basé sur la physique de l'effet de champ et la spectrométrie de masse à temps de vol. La sonde atomique tomographique est une sonde atomique classique dotée d'un détecteur spatial 2D [32, 33].

Le schéma de principe est présenté sur la figure (I.4). L'échantillon est préparé sous forme d'une pointe avec un rayon de courbure d'apex inférieur à  $50 \text{ nm}$ . Les atomes en surface de la pointe sont "évaporés" sous la forme d'ions positifs  $n$  fois chargés grâce à la superposition d'impulsions électriques ( $1 \text{ ns}$ ) à un potentiel électrique positif continu de plusieurs  $\text{kV}$ .

La nature chimique des ions est identifiée par un spectromètre de masse à temps de vol (mesure du temps de vol de l'ion entre la pointe et le détecteur). La position latérale de l'ion est déterminée à partir des coordonnées de son impact sur un multidétecteur spatial. L'échantillon étant évaporé couche atomique par couche atomique, l'étude en profondeur permet une reconstruction tridimensionnelle de la matière évaporée. L'amélioration des performances des détecteurs [34] et spectromètres de masse [35] permet de détecter 60% des atomes évaporés et d'atteindre une résolution en masse  $\frac{\Delta M}{M}$  à 50% de l'ordre de 700.

De nombreux métaux ont pu être analysés par sonde atomique tomographique classique tel qu'une atmosphère de Cottrell [36], des multicouches magnétiques [37]. En revanche, les matériaux présentant une résistivité de l'ordre de quelques  $\Omega \times \text{m}$  (mauvais conducteurs de l'électricité) ne sont plus analysables par une sonde utilisant des impulsions électriques. Des études ont montré que le silicium fortement dopé s'évapore sous impulsions électriques mais la résolution en masse est fortement dégradée.

L'analyse de mauvais conducteurs [38, 39] (semi-conducteurs et isolants) a été rendue possible grâce à l'émergence de la sonde laser [40, 28]. Dans ce cas, l'évaporation des ions n'est plus assistée par des impulsions électriques mais par des impulsions laser de très courte durée (500 fs). Dans ce cas, l'augmentation de température permet aux atomes de quitter la surface. Les résolutions latérales, en profondeur et en masse sont respectivement de 0,3 nm, 0,1 nm et de 300 à 10% . Ainsi, du silicium intrinsèque de résistivité élevée ( $10^4 \Omega \times \text{cm}$ ) a pu être analysé. Avec l'apparition de sondes grand angle permettant d'obtenir des champs de vue et des profondeurs d'analyse respectivement de 180 nm et 300 nm (dépend du rayon de courbure de la pointe), les limites de détection de bore et de phosphore ont augmenté et la sensibilité peut atteindre  $2 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ .

Toute la difficulté de cette technique réside dans la préparation d'échantillons sous forme de pointes. En microélectronique, les pointes sont généralement préparées par faisceau d'ions gallium focalisés et sont obtenues en deux étapes. Dans un premier temps, l'échantillon à analyser est prélevé de l'échantillon d'origine puis collé sur "un support" de sonde atomique. Dans un second temps, on impose au FIB de balayer l'intérieur d'un masque annulaire de diamètre interne dégradé afin d'obtenir une pointe dont le rayon de courbure est inférieur à 50 nm.

### I.3.3 La Kelvin Force Microscopy (KFM)

Le KFM est une technique de microscopie à sonde locale opérant en mode oscillant. Son principe est inspiré de celui de la sonde de Kelvin [41], il permet de mesurer la différence entre le travail de sortie d'une électrode de référence et celui du matériau à analyser. L'implémentation des deux méthodes est toutefois différente. En mode KFM, le potentiel

$$U(t) = U_{dc} + U_{ac} \sin(\omega \times t) \quad (\text{I.2})$$

est appliqué entre la pointe et l'échantillon. Il est aisé de s'assurer que la vibration induite par la force électrostatique  $F = \frac{1}{2} \frac{dC}{dz} U^2$  s'annule lorsque le potentiel  $U_{dc}$  est égal à la différence de potentiel  $\frac{(\phi_{\text{pointe}} - \phi_{\text{ech}})}{e}$  entre la pointe et l'échantillon. Lorsqu'on travaille dans des conditions normales de température et de pression, la sensibilité de cette technique est de l'ordre de 10 meV et sa résolution spatiale est comprise entre 50 et 100 nm.

Idéalement, le travail de sortie d'un semi-conducteur varie de manière logarithmique avec le taux dopage  $N$ , soit :

$$\phi_{sc} = \chi_{sc} + \frac{E_G}{2} \pm k_B T \log\left(\frac{N}{n_i}\right) \quad (\text{I.3})$$

où  $\chi_{sc}$ ,  $E_G$ ,  $n_i$ , représentent respectivement l'affinité électronique, la valeur de la bande interdite et la concentration intrinsèque de porteurs du semi-conducteur. A température ambiante et pour le silicium, nous avons :  $\chi_{sc} = 4,05 \text{ eV}$ ,  $E_G = 1,12 \text{ eV}$  et  $n_i = 1,4 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ . Dans la relation (I.3), le signe moins ou plus est à utiliser respectivement pour un semi-conducteur de type  $n$  ou  $p$ . Cette relation explique la sensibilité très médiocre au dopage. En effet, dans le silicium, une variation d'une

décade de concentration de dopants actifs induit une variation de 100 meV du travail de sortie. Il est important de noter que la relation (I.3) ne prend pas en considération la présence de dipôles et, éventuellement, de charge à la surface du semi-conducteur. L'origine de ces dipôles peut être due à la courbure de bande, à la présence d'oxyde ou encore d'espèces adsorbées. Toutefois, il est possible d'améliorer la sensibilité, la résolution spatiale et la reproductibilité de cette technique en opérant sous ultravide et en préparant spécifiquement la surface [42, 43]. Malgré ses limitations, la KFM a été utilisée pour caractériser, avec une dynamique de 5 décades (de  $10^{15}$  at.cm<sup>-3</sup> à  $10^{20}$  at.cm<sup>-3</sup>) des concentrations de dopants dans des semi-conducteurs III-V [43, 44] et dans le silicium [45, 46].

### I.3.4 La Scanning Capacitance Microscopy (SCM)

La SCM est une technique de microscopie à sonde locale opérant en mode contact et permettant la mesure spatialement résolue de la capacité différentielle  $\frac{\Delta C}{\Delta U}$  entre la pointe et l'échantillon analysé. Dans ce mode, une capacité MIS (Metal-Insulator-Semiconductor) est constituée de la manière suivante : l'armature métallique supérieure est formée par la pointe (en silicium recouverte de métal Au, PtIr, W ou de grains de diamant dopés B) et l'isolant (SiO<sub>2</sub>) est déposé sur le semi-conducteur qui constitue l'armature inférieure. De manière à fixer un point de fonctionnement sur la courbe  $C(U)$ , la capacité MIS est polarisée en appliquant une tension  $U_{dc}$  à la pointe. Une tension de modulation,  $\Delta U \cos(\omega t)$ , est superposée à la tension continue  $U_{dc}$ . Une instrumentation dédiée permet de mesurer la capacité différentielle  $\frac{\Delta C}{\Delta U}$ . Cette capacité différentielle dépend du taux de dopage (elle augmente lorsque la concentration du dopage diminue), le signe de cette capacité différentielle dépend du type de dopage ( $p$  ou  $n$ ). En pratique, il est possible de mesurer des concentrations de dopant avec une dynamique de six décades (de  $10^{15}$  at.cm<sup>-3</sup> à  $10^{21}$  at.cm<sup>-3</sup>) [45, 47]. Lors d'une utilisation standard, la résolution spatiale de la SCM est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres. L'utilisation de courbes de calibrage obtenues sur des échantillons témoins, préalablement caractérisés par SIMS, permet, en principe, de rendre la SCM semi-quantitative.

Si cette technique est relativement aisée à mettre en œuvre, elle reste soumise à de nombreux artefacts. En effet, la tension de polarisation  $U_{dc}$  déplace la position des jonctions [48] l'injection, en cours de mesure, de charges dans l'oxyde conduit à un comportement hystérétique des courbes  $C(U)$  [49], la qualité et le vieillissement des oxydes doivent être maîtrisés pour éviter la génération de charges fixes, de courants de fuite et de centres de recombinaison de porteurs [50, 51].

### I.3.5 La Scanning Spreading Resistance Microscopy (SSRM)

La SSRM est une technique de microscopie à sonde locale opérant en mode contact et permettant la mesure spatialement résolue de la résistance de contact entre la pointe de mesure et l'échantillon analysé. Le principe de cette technique (figure (I.5)) consiste à appliquer une tension continue  $U$  ( $0 < U < 10$  V) entre la pointe et la face arrière de l'échantillon à analyser. La mesure du courant ainsi généré ( $50$  pA  $< I < 0,1$  mA) permet d'obtenir la résistance d'étalement  $R = \frac{U}{I}$ . Pour le cas d'un contact ohmique entre une pointe de résistivité nulle et un substrat semi-infini de résistivité  $\rho_{p-n}$  uniforme, la valeur de la résistance de contact est égale à :

$$R = \frac{\rho_{p-n}}{4a} \quad (\text{I.4})$$

où  $a$  représente le rayon de l'aire de contact supposée circulaire. En notant  $N$  et  $\mu_{Si}$  respectivement la concentration de porteurs et leur mobilité, la résistivité d'un matériau s'écrit :

$$\rho_{p-n} = \frac{1}{Ne\mu_{Si}}. \quad (\text{I.5})$$

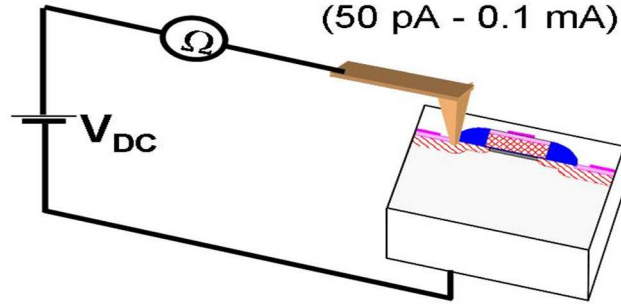


FIGURE I.5 – Schéma de principe de la SSRM

En portant l'équation (I.4) dans l'équation (I.5), et en négligeant la dépendance de la mobilité avec le taux de dopage, on constate que la résistance de contact varie comme l'inverse de la densité de porteurs ce qui confère à la SSRM une dynamique de mesure comprise entre  $10^{15}$  at.cm $^{-3}$  et  $10^{20}$  at.cm $^{-3}$ . La limite supérieure est fixée par la résistance résiduelle des pointes ( $\simeq 10$  k $\Omega$ ). En réalité, la mobilité des porteurs dépend du taux de dopage, elle diminue lorsque la concentration de dopant augmente ; cette dépendance doit être prise en considération pour traduire les valeurs de résistances d'étalement en des valeurs de concentration de dopant.

Pour cartographier la répartition de dopage dans du silicium, on utilise des pointes en silicium recouvertes de grains de diamant et dopées par du bore. Des forces aussi importantes que  $1 \mu\text{N}$  sont appliquées à la pointe résultant en des pressions de contact supérieures à 10 GPa. Dans ces conditions, une résolution spatiale de 1 nm a été démontrée [52]. Comme la SCM, cette technique peut être rendue semi-quantitative en utilisant des courbes de calibration obtenues sur des échantillons témoins, préalablement caractérisés par SIMS [53]. Les échantillons sont préparés soit par clivage, soit par polissage mécano-chimique, car les rugosités RMS résiduelles doivent être inférieures à quelques Angströms.

Récemment il a été montré qu'en travaillant sous vide ( $10^{-4}$  Pa), il est possible de réduire d'un facteur 10 la pression de contact et d'améliorer ainsi la reproductibilité de la mesure [54]. En microélectronique, la SSRM est adaptée au développement du nœud technologique 32 nm [55] et à la caractérisation des FinFet [56, 57].

### I.3.6 La Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage consiste à balayer la surface d'un échantillon avec une sonde électronique de petite taille (dans un HITASHI 5005, le diamètre du faisceau est de 400 pm à 30 keV) et à analyser les électrons secondaires ou rétrodiffusés. Les électrons secondaires sont recueillis par un détecteur d'angle solide  $\Omega$ . Le courant  $I_d$  d'électrons secondaires ainsi généré est égal à :

$$I_d = I_0 \int_0^{E_{MAX}} dE_k \int_{\Omega} \frac{\partial^2 \delta}{\partial E_k \partial \Omega} d\omega \quad (\text{I.6})$$

où nous avons noté  $I_0$  le courant du faisceau sonde,  $E_{MAX}$  l'énergie maximum des électrons rétrodiffusés ( $E_{MAX} \simeq 50$  eV), et  $\delta$  le rendement d'émission. Le rendement d'émission dépend de l'angle azimutal, de l'énergie  $E_k$  des électrons secondaires, du matériau et de son travail de sortie... Dans

le cas des semi-conducteurs, comme le montre la relation (I.3), le travail de sortie dépend de la concentration et du type de dopage, de la courbure de bande, et de la contamination de surface.

Le dopage non uniforme d'un semi-conducteur résulte en des transferts de charges afin de rendre constant le potentiel chimique dans le matériau. Dans ce cas, le niveau local du vide n'est pas uniforme et un champ électrique est créé. Ce champ électrique altère l'énergie et les trajectoires des électrons secondaires, ceci peut rendre difficile l'interprétation du contraste. La MEB permet une caractérisation rapide et aisée de sections droites clivées. La dynamique de cette technique est comprise entre  $10^{15}$  at.cm<sup>-3</sup> et  $10^{21}$  at.cm<sup>-3</sup>, et sa résolution spatiale est de l'ordre de 2 nm.

Malheureusement, cette technique souffre de nombreux défauts. En effet, la génération par le faisceau d'analyse d'une contamination carbonée dégrade le contraste. Cette contamination peut être limitée par un traitement préalable des échantillons par un plasma d'oxygène. De plus, l'accumulation de charges dans les matériaux isolants (espaceurs et oxydes enterrés) dégrade la résolution spatiale du MEB. Enfin la préparation d'échantillons par clivage condamne l'observation des dispositifs issus des nœuds technologiques 40 nm et au delà. Notons également, qu'aujourd'hui, il n'existe pas d'algorithmes fiables permettant la conversion du contraste de l'image en concentration de dopage.

### I.3.7 Les pertes d'énergie (EELS et EDX)

La taille de la sonde électronique d'un STEM atteint aujourd'hui une taille aussi faible que 47 pm en utilisant un correcteur d'aberration sphérique sur le faisceau sonde. Cette nano-sonde peut être mise à profit pour caractériser la distribution de dopant dans un dispositif en utilisant les modes d'acquisition dits d'analyse chimique. Ces modes sont basés sur la perte d'énergie que peut subir un électron lorsqu'il traverse l'échantillon. En effet dans la matière, les électrons du faisceau sont soumis à des interactions élastiques et inélastiques. Les interactions élastiques sont à l'origine du mode contraste en Z et les collisions inélastiques sont à l'origine des modes d'analyse chimique (EELS, EDX). Plus précisément les collisions inélastiques résultent d'une interaction électron-électron qui peut générer l'éjection d'un électron d'une couche atomique interne (K, L). La lacune ainsi créée peut être comblée par un électron d'une couche supérieure (L, M) ; cette transition peut être radiative<sup>7</sup> et donner lieu à l'émission d'un photon X. Dès lors, nous pouvons analyser soit le spectre d'émission de rayons X (EDX), soit la perte d'énergie subie par le faisceau sonde (EELS : voir figure (I.6)).

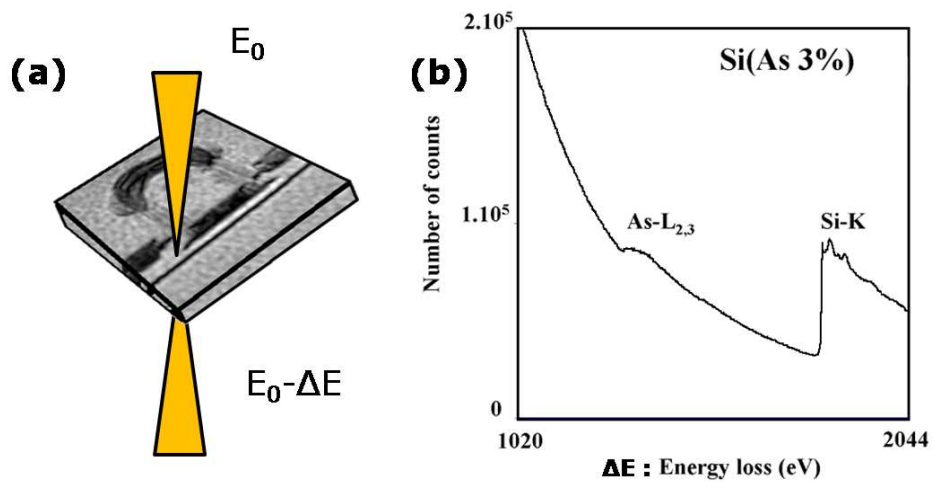
En pratique des faisceaux électroniques de basse énergie (inférieure à 120 keV) sont utilisés pour d'une part limiter les dégâts d'irradiation<sup>8</sup> et, d'autre part, augmenter la section efficace d'interaction (la section efficace pour l'arsenic est deux fois plus importante à 80 keV qu'à 200 keV). La méthode EDX est peu utilisée à cause des temps d'acquisition prohibitifs dus au manque d'efficacité du système de collection<sup>9</sup> (diode SiLi). La méthode EELS est aujourd'hui utilisée pour observer la concentration d'arsenic<sup>10</sup>, avec un seuil de détection de  $10^{19}$  at.cm<sup>-3</sup>, une résolution spatiale d'environ 2 nm et des temps d'analyse d'environ deux heures (pour acquérir  $10^4$  pixels). Des exemples d'application de l'EELS pour la caractérisation de l'arsenic dans les dispositifs de la microélectronique ont été publiés par l'équipe MET de STMicroelectronics [58, 59].

7. La transition peut également être non-radiative et donner lieu à l'émission d'un électron Auger.

8. Dans le silicium, pour ne pas causer de dégât d'irradiation l'énergie du faisceau incident doit être inférieure à 120 keV.

9. Aujourd'hui des microscopes équipés de détecteurs SDD sont rapides et possèdent un grand angle solide (0,9 srad), permettant d'observer les dopants dans un composé complexe.

10. En EELS, il n'est pas possible de caractériser le bore car son seuil d'ionisation de 188 eV est trop proche des résonances plasmons. Il n'est pas possible d'observer le phosphore avec une sensibilité meilleure que quelques pourcent car son énergie d'ionisation est située après celle du silicium, rendant difficile l'extraction du fond continu.



**FIGURE I.6** – Schéma de principe de l'EELS (a) et spectre de perte énergétique d'un faisceau accéléré à 120 kV dans un échantillon test de silicium dopé à 3 % d'arsenic. Reproduit avec l'autorisation de G Servanton et R Pantel.

### I.3.8 L'Holographie électronique

L'holographie électronique "off-axis" est une technique de MET qui permet d'obtenir à la fois l'amplitude et la phase d'une onde grâce à la formation d'une figure d'interférence entre une onde objet et une onde de référence (dans le vide). Cette technique se distingue ainsi de la microscopie en champ clair où seule l'amplitude est extraite à partir de l'intensité mesurée [60]. Plusieurs algorithmes permettent de reconstruire l'image de phase [61, 62]. L'algorithme le plus courant consiste à filtrer la transformée de Fourier de l'hologramme pour isoler l'information de phase. Son principe détermine directement la résolution théorique de la technique [60].

En absence de champ magnétique et en absence de champ électrostatique dans le vide, la phase de l'onde objet est proportionnelle au potentiel interne d'un échantillon. Ce potentiel reflète le niveau de dopants actifs dans le matériau [63]. A titre d'exemple, une jonction  $p-n$  symétrique avec une concentration de dopants de  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$  génère un saut de potentiel électrostatique de l'ordre de 1 V. Selon les paramètres utilisés, l'amélioration de la résolution spatiale de l'holographie peut nuire à la sensibilité [64] : pour conserver une sensibilité acceptable de 0,1 V, la résolution est généralement  $< 10 \text{ nm}$  [65, 66, 67, 68, 69]. Lors d'observations récentes avec des microscopes de dernière génération, une résolution de 2 – 3 nm a pu être obtenue tout en conservant 0,1 V de sensibilité [70, 71, 72, 73]. L'holographie permet de détecter des niveaux de dopants avec une dynamique de cinq décades (de  $10^{17} \text{ at.cm}^{-3}$  à  $10^{21} \text{ at.cm}^{-3}$ ) [74, 70]. De plus, les dopages  $n$  et  $p$  ont des contrastes différents. La phase est proportionnelle au potentiel, mais la mise en œuvre de la mesure quantitative des dopants se heurte à des problèmes liés à la présence d'épaisseur inactive [75, 76, 77, 78] et de charges dans l'échantillon [79, 80, 67]. La manifestation de ces artefacts est dépendante de la préparation d'échantillon.

La préparation d'échantillons pour l'holographie utilise une combinaison des outils à disposition de la microscopie en transmission : FIB, polissage mécano-chimique, abrasion par faisceau d'ions [60]. L'objectif de la préparation est d'obtenir une lamelle d'épaisseur contrôlée, entre 200 et 700 nm, de faible rugosité de surface, et dont la zone d'intérêt est proche du vide [81]. Habituellement, l'étape finale de préparation (déterminant l'importance de la couche inactive) est soit une gravure au FIB

[76], soit une exposition de quelques minutes à un faisceau d'argon d'une énergie de quelques keV [81]. La préparation par FIB introduit un bruit plus important. La variance de phase d'une lamelle de silicium de 200 nm d'épaisseur préparée par FIB a été estimée au triple de la variance d'une lamelle de même épaisseur préparée par gravure ionique [64]. L'épaisseur de la couche inactive introduite par FIB à l'énergie habituelle de 30 keV est également trop importante pour une mesure quantitative. Plusieurs solutions ont été proposées pour diminuer ce problème : la gravure à basse énergie [75], la gravure par FIB en utilisant le silicium ou l'or à la place du gallium [76] et le recuit des échantillons [82, 83]. La préparation par FIB de dispositifs se fait en face arrière, pour éviter l'effet écran de la métallisation ou des grilles, qui modifient l'épaisseur de l'échantillon. Un écart de 2 nm provoque le même déphasage qu'une différence de potentiel de 0,1 V [79, 84, 64].

En préparation par FIB ou par abrasion mécano-chimique, il est courant de trouver des effets de charge, en particulier dans les échantillons constitués d'oxyde. Un dépôt de carbone sur une des faces de l'échantillon améliore la reproductibilité de la technique, nécessaire pour une analyse quantitative. Ce dépôt supprime les champs électrostatiques parasites dans le vide [79, 80, 67]. L'holographie est une technique privilégiée pour observer le profil des jonctions électriques et mesurer la largeur de canal efficace, avec une précision de quelques nm [73, 85, 71, 86]. La technique a également été utilisée pour montrer des effets 2D de diffusion des dopants dans le silicium [87].

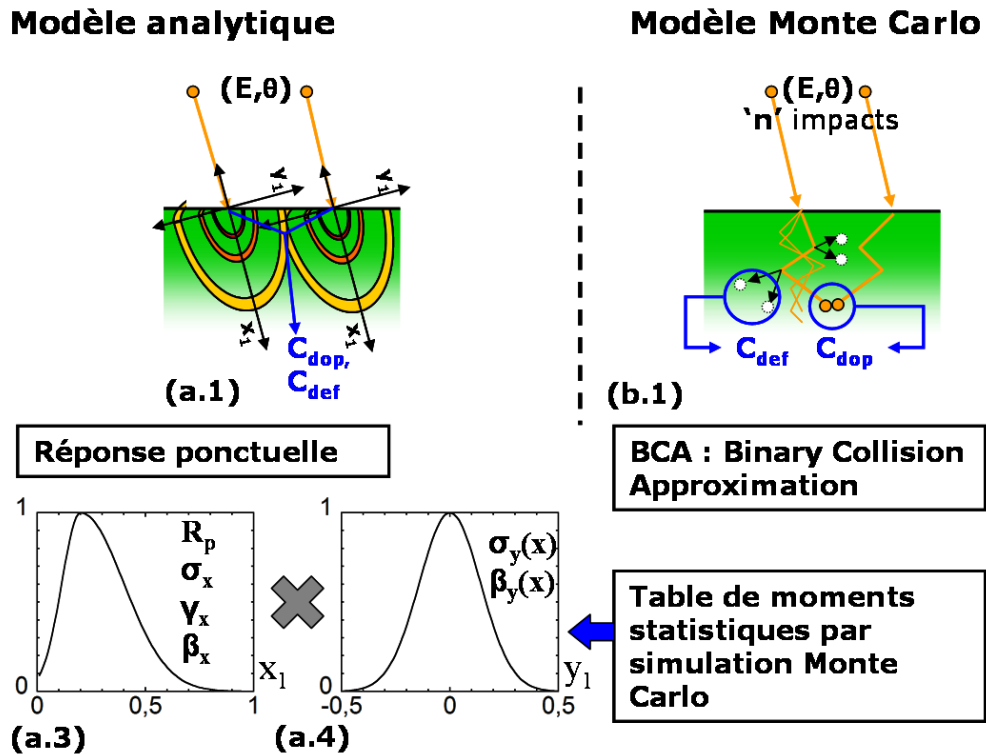
Au delà de la caractérisation des dopants en 2D, l'observation de dispositifs sous tension par l'holographie [88, 89], ainsi qu'une cartographie des potentiels du dispositif à différents régimes de fonctionnement et la répartition des porteurs électriques, ont été réalisés avec une grande précision. De plus, la tomographie holographique, combinant une série de mesures holographiques à différentes orientations, permet la caractérisation 3D des dopants [77, 90].



## I.4 Modèles de simulation de procédé

La simulation TCAD englobe à la fois la simulation des procédés de fabrication d'un dispositif de la micro-électronique ("Process TCAD") et la simulation de son comportement électrique ("Device TCAD"). Elle permet de construire virtuellement un dispositif, en modélisant toutes les étapes de sa fabrication, dont les étapes clés d'implantation et de diffusion des dopants. Elle a pour but de reproduire et d'analyser le comportement électrique du dispositif réel.

### I.4.1 Implantation ionique



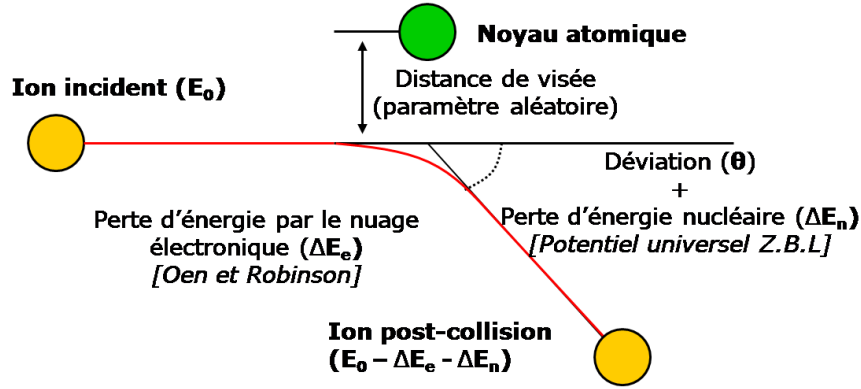
**FIGURE I.7** – Modèle d'implantation analytique (a) et Monte Carlo (b).

Dans le modèle analytique, une réponse ponctuelle est obtenue par le produit d'une répartition en profondeur (a.3) et d'une répartition latérale (a.4).

Les modèles Monte Carlo (b) simulent une série de ' $n$ ' impacts possibles, chacun représentant une fraction de la dose complète d'impuretés. L'ensemble de la chaîne de collision donne la répartition de défauts ponctuels.

L'implantation ionique est actuellement la principale technique d'incorporation d'impuretés dans les semi-conducteurs, en raison de la précision liée à la maîtrise de l'énergie, de la dose, et de la dispersion angulaire de la zone de dopage. Des jonctions abruptes peuvent être formées à quelques nanomètres sous la surface de silicium. De plus, la préparation d'échantillons par FIB utilise aussi une implantation ionique qui provoque des artefacts de mesure en holographie.

L'impact des ions incidents provoque des défauts ponctuels dans un cristal (lacunes<sup>11</sup> et interstitiels<sup>12</sup>). En présence d'une grande quantité de défauts ponctuels, le silicium devient amorphe. La proportion empirique de 10% du nombre d'atomes cristallin affecté détermine le seuil d'amorphisation [91, 92]. La simulation de l'implantation ionique permet la prédiction du profil de concentration d'impuretés, la répartition des défauts ponctuels, et la formation de la phase amorphe.



**FIGURE I.8** – Dans un modèle Monte Carlo, l'interaction entre un ion et les atomes de la cible suit l'approximation de collision à deux corps. Chaque choc se manifeste par un changement de direction et une perte d'énergie, déterminés en considérant une perte électronique (le modèle de Oen-robinson est le plus courant[93]), et le comportement d'une particule dans un champ électrostatique nucléaire (le potentiel de Ziegler-Biersack-Littmann[94] est couramment utilisé).

Les simulations dynamique moléculaires sont celles qui décrivent le mieux la physique de l'interaction entre l'ion en mouvement dans la matrice cristalline ou amorphe. La trajectoire de l'ion est calculée comme solution des équations de la mécanique en prenant en considération l'interaction entre l'ion et l'ensemble des atomes de la cible [95, 96]. Pour des raisons de taille de mémoire et de temps de calcul, cette technique n'est pas adaptée aux dispositifs de la microélectronique. Pour des énergies d'implantation  $> 500$  eV [97], le comportement de l'ion peut être simplifié par une série de collisions avec les atomes de la cible dans les modèles Monte Carlo (M-C).

L'implantation par modèles analytiques constitue une alternative à la simulation M-C, et s'appuie sur des courbes prédéfinies (figure (I.7)), qui sont calibrées à partir de simulations Monte Carlo ou de SIMS. Une courbe analytique est définie par ses moments statistiques (profondeur moyenne  $R_p$ , variance  $\sigma$ , asymétrie  $\gamma$ , et kurtosis  $\beta$ , voir figure (I.7)), qui sont définis en fonction des paramètres de l'implantation.

Dans les modèles Monte Carlo, la trajectoire d'un ion est considérée comme une alternance de chocs et de trajets libres. Lors de chaque impact, le paramètre de la distance de visée est aléatoire, afin de retranscrire la dispersion des trajectoires possibles. Chaque choc est traité selon la théorie de collision à deux corps [94], comme illustré dans la figure (I.8). L'influence de l'atome de la cible sur l'ion est décomposée en un potentiel électrostatique du noyau (habituellement le potentiel universel de Ziegler-Biersack-Littmann [94]) et un pouvoir d'arrêt électronique (habituellement le modèle de Oen-Robinson [93]). Le choc introduit un changement de direction et une perte d'énergie de l'ion. Les profils de la plupart de dopants (bore, arsenic, antimoine, phosphore, indium) obtenus par simulation

11. Une lacune est formé par le manque d'un atome du cristal

12. Un interstitiel est constitué par un atome supplémentaire, en site interstitiel du cristal

Monte Carlo sont en bon accord avec l'expérience pour des énergies caractéristiques des utilisations en microélectronique [98, 94].

Dans la simulation M-C, le mode 'cascades' prend en compte la position de chaque atome déplacé : lors des premiers chocs avec l'ion incident, les atomes de la cible reçoivent de l'énergie et à leur tour se déplacent, provoquant d'autres collisions et défauts ponctuels. Ce modèle permet une estimation plus réaliste des défauts ponctuels et reproduit la création de défauts à toutes les phases de l'implantation [99, 92, 96] et la canalisation des ions dans un cristal [100, 101, 99].

Il existe des modèles simplifiés d'évaluation des défauts ponctuels, tel le modèle de Kinchin-Pease, que l'on retrouve dans l'outil de simulation décrit dans la référence [100]. Dans ce modèle, chaque choc de l'ion incident avec un atome de la cible crée un nombre  $n(E_n)$  de défauts ponctuels proportionnel à l'énergie  $E_n$  cédée :

$$n(E_n) = k \frac{E_n}{2E_d}, \quad (\text{I.7})$$

où  $E_d$  est l'énergie de seuil du déplacement d'un atome (15 eV dans le silicium) et  $k = 0,8$  une constante. De la concentration de défauts d'implantation sont déduits les concentrations de lacunes et d'interstiels influant la diffusion des dopants [102, 103]

Situation d'implantation	Complexité du modèle	Modèle pour les impuretés	Modèle pour les défauts ponctuels
MOS simplifié	2D	Monte Carlo	Analytique
MOS réel	2D	Monte Carlo	Kinchin-Pease
FIB	1D	Monte Carlo	Monte Carlo

**TABLE I.1** – Modèles d'implantation utilisés dans nos travaux.

Nous avons utilisé les modèles MC d'implantation ionique pour la simulation de transistors MOS simplifiés et d'un dispositif réel (chapitre IV). Nous avons également développé un modèle dynamique d'endommagement de l'échantillon par FIB, comme présenté dans le chapitre III. (voir tableau (I.1)).

#### I.4.2 Diffusion des dopants

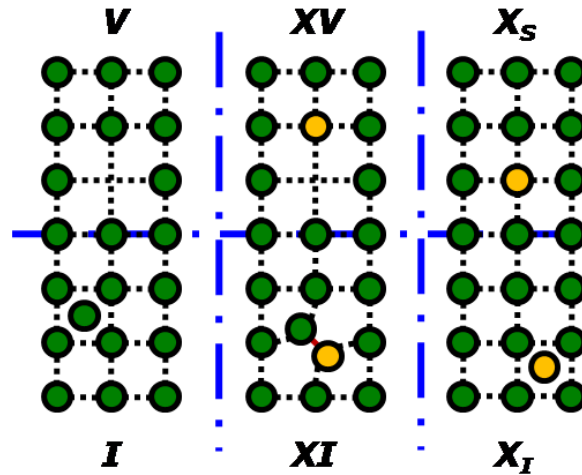
Les dopants introduits par implantation ionique sont activés à haute température. Sous l'effet de l'agitation thermique, les impuretés diffusent dans le silicium. La modélisation de la diffusion des dopants permet de comprendre et de contrôler la répartition des zones actives déterminant le comportement électrique d'un dispositif.

Soit  $X$  un dopant introduit dans le silicium (bore, arsenic, antimoine, phosphore). L'évolution de  $X$  avec le temps est régie par la loi de diffusion de Fick et la loi de conservation de la masse. La loi de Fick relie le flux de cette particule  $\vec{J}_X$  à sa concentration  $[X]$  par la relation [104] :

$$\vec{J}_X = D_X \times \vec{grad}[X] \quad (\text{I.8})$$

où  $D_X$  est le coefficient de diffusion du dopant et reflète l'évolution thermodynamique de l'espèce dans le silicium [105, 106, 107]. L'équation de conservation de la masse [105, 104] s'écrit :

$$\frac{\partial [X]}{\partial t} = -div(\vec{J}_X) + R_X. \quad (\text{I.9})$$



**FIGURE I.9** – Représentation simplifiée dans un cristal des différentes impuretés et défauts dans le silicium : lacunes  $V$ , paire lacune-dopant  $XV$ , dopants en site actif substitutionnel  $X_S$ , auto-interstitiels  $I$ , paire interstitiel-dopant  $XI$ , et dopant en site interstitiel  $X_I$ .

Avec  $R_X$ , le taux de création/disparition de l'espèce.

Un modèle de diffusion est d'autant plus précis qu'il tient compte d'un grand nombre d'interaction entre les espèces présentes dans le silicium (figure (I.9)). Ces espèces sont :

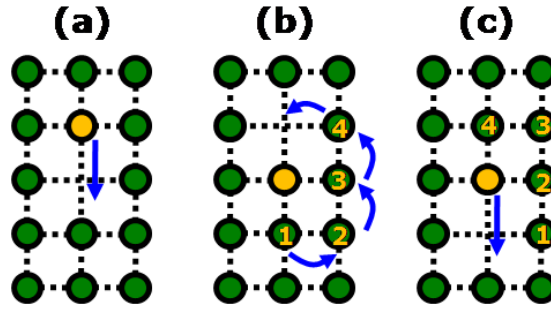
- $V$ , la lacune, correspondant au manque d'un atome dans la matrice cristalline,
- $I$ , l'auto-interstitiel (ou interstitiel), correspondant à l'ajout d'un atome de silicium entre les atomes de la maille,
- $X_S$ , le dopant en position substitutionnelle, qui correspond également à un dopant actif,
- $X_I$ , le dopant en position interstitielle, donc inactif,
- $XV$ , la paire dopant-lacune,
- $XI$ , la paire dopant-interstitiel.

Dans le silicium cristallin, la diffusion n'est possible qu'en présence de défauts ponctuels et la diffusion des dopants seuls ( $X_S$  et  $X_I$ ) est négligeable [108, 105]. La diffusion se fait par le biais des paires  $XI$  (Diffusion assistée par les interstitiels, D.I, décrite par la figure (I.11)) ou  $XV$  (Diffusion assistée par les lacunes, D.L, décrite par la figure (I.10)).

Le mécanisme de diffusion lacunaire (D.L : figure (I.10)) [108] se produit lorsqu'un dopant et une lacune sont voisins. Le dopant prend alors la place de la lacune et lui reste lié. Le déplacement brownien du couple dopant-lacune dans le cristal de silicium permet la diffusion de celui-ci dans le sens du gradient décroissant (d'où la loi phénoménologique de Fick).

Le mécanisme de diffusion assisté par les interstitiels (D.I) [109, 110] implique la formation d'une paire dopant-interstitiel : les deux impuretés partagent un même site du réseau et diffusent selon le mécanisme illustré dans la figure (I.11).

Les différents mécanismes impliqués dans la diffusion des dopants sont résumés dans la figure (I.12). Les mécanismes de Frank-Turnbull et de Kick-Out sont des phénomènes avancés qui sont couramment pris en compte dans les modèles de simulation. Il sont majoritaires pour la diffusion et l'activation des dopants à basse température de recuit. Ces mécanismes font parti de l'ensemble



**FIGURE I.10** – Illustration du mécanisme de diffusion lacunaire (D.L). Le dopant se déplace à l'emplacement de la lacune, mais celle-ci lui reste liée et évolue autour du dopant.



**FIGURE I.11** – Illustration du mécanisme de diffusion interstitiel (D.I). La paire dopant-interstitiel occupe un site substitutionnel. La diffusion du défaut se fait en déformant l'arrangement du cristal.

des phénomènes à prendre en compte pour analyser la physique de la diffusion des dopants dans le silicium et leur simulation.

Dopant	fraction de diffusion par les interstitiels
Bore	$>0,84$
Phosphore	$>0,86$
Arsenic	$<0,45$
Antimoine	$<0,16$

**TABLE I.2** – Fraction diffusive de différents dopants dans le silicium à  $1000^{\circ}\text{C}$ . D'après [111]

Les dopants et les défauts ponctuels se présentent sous différents états de charge. La lacune  $V$ , par exemple, est présente sous les états chargés  $V^{-}$ ,  $V^{+}$ , et  $V^0$  [104, 112]. Leurs concentrations sont régies par le niveau de Fermi dans le silicium [113], et expliquent les interactions électrostatiques observées notamment en présence d'un gradient de dopant à forte concentration. Introduire des effets électrostatiques dans la diffusion nécessite d'incorporer l'équation de Poisson aux équations initiales (I.8) et (I.9).

Les dopants peuvent diffuser à la fois par le mécanisme lacunaire et le mécanisme interstitiel. Leur affinité avec les différents mécanismes de diffusion est représentée par la fraction de diffusion par interstitiel. Comme illustré dans le tableau (I.2), le bore et le phosphore diffusent majoritairement par les mécanismes interstitiels et l'antimoine à l'aide des lacunes. Une concentration anormalement

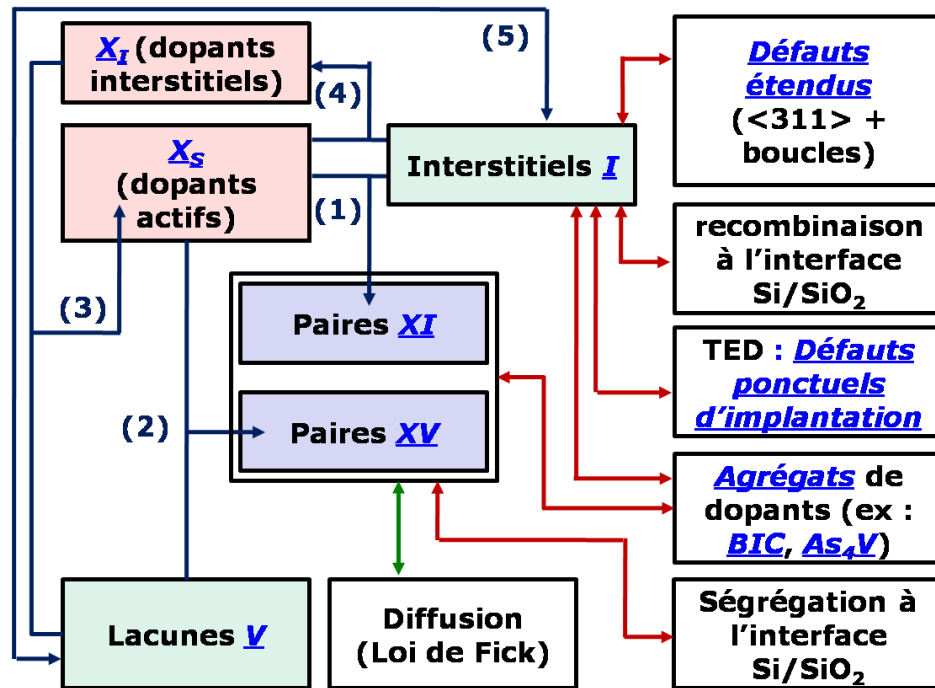


FIGURE I.12 – Schéma des principales interactions entre les impuretés dans les dispositifs SOI.

- (1) : Diffusion assistée par les interstitiels.  $X_S + I \leftrightarrow XI$ .  
 (2) : Diffusion assistée par les lacunes.  $X_S + V \leftrightarrow XV$ .  
 (3) : Mécanisme de Frank-Turnbull.  $X_I + V \leftrightarrow X_S$ .  
 (4) : Mécanisme de "kick-out".  $X_S + I \leftrightarrow X_I$ .  
 (5) : Recombinaison des défauts ponctuels.  $I + V \leftrightarrow \langle 0 \rangle$ .

Les flèches rouges représentent l'effet des conditions aux limites et les interactions avec les défauts étendus et les agrégats de dopants.

élevée de défauts (induite par l'implantation ionique par exemple) va favoriser le mouvement des dopants dans le cristal et la diffusivité du dopant est proportionnelle à la concentration de défauts ponctuels (TED<sup>13</sup>).

Dans une matrice riche en défauts ponctuels, les interstitiels peuvent se regrouper sous une forme plus stable [114]. Les interstitiels se regroupent d'abord en "petits" agglomérats, puis pour des raisons de minimisation de l'enthalpie du système, se fondent en défauts  $\langle 311 \rangle$ , puis en boucles de dislocations fautées, et enfin en boucles de dislocations parfaites [115]. Selon les modèles de diffusion utilisés, nous pouvons prendre en compte un grand nombre de ces défauts étendus, ou nous limiter à la relation entre les interstitiels et les défauts  $\langle 311 \rangle$ , pour les dispositifs de fabrication standard.

Pour les concentrations élevées de dopants, proches de la solubilité limite dans le silicium, les impuretés forment des agrégats considérés comme inactifs et immobiles. Leur évolution (croissance ou dissolution) influence fortement l'activation et la diffusion des dopants.

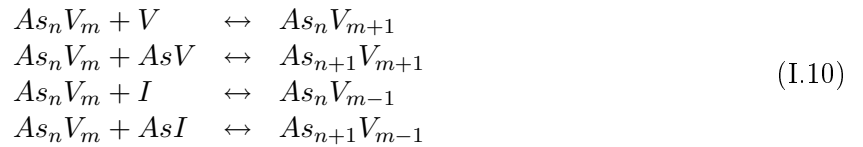
Parmi les dopants couramment utilisés dans la microélectronique, le bore est connu pour former des agglomérats, nommés BIC<sup>14</sup> [116, 117, 118, 119]. Les phénomènes liés aux BICs sont importants,

13. Transient Enhanced Diffusion

14. Boron Interstitial Cluster

mais dans les dispositifs nMOS que nous avons étudié, la concentration de bore est de  $10^{15}$  at.cm<sup>-3</sup>, les BICs sont absents de nos échantillons.

La concentration d'arsenic étant élevée, nous prenons en compte deux phénomènes : la formation d'agrégats et la précipitation dans une phase Si-As. Ces deux phénomènes déterminent l'activation de l'arsenic. L'agrégat d'arsenic est formé de dopants et de lacunes :  $As_n V_m$  [120, 121]. Plusieurs formes de ce précipité ont été proposées dans la littérature. leurs rôles comme générateurs de défauts ponctuels a pu être validé par l'expérience et est incorporé aux modèles de diffusion [120, 122, 121]. Il est difficile de distinguer par l'observation cet agrégat du précipité monoclinique Si-As qui se forme à plus forte concentration [123, 115]. La précipitation induit une désactivation nette, qui ne modifie pas la concentration de défauts ponctuels : elle détermine la concentration limite de l'arsenic dans le silicium ( $1,3 \times 10^{21}$  at.cm<sup>-3</sup> [123]). Les modèles les plus évolués de diffusion considèrent les différentes interactions possibles entre les agrégats d'arsenic et les impuretés, par les équations suivantes [124, 122, 121].



Nous employons généralement un modèle simplifié représentant uniquement l'équilibre entre l'agrégat  $As_4V$ , les dopants et les défauts ponctuels.

### I.4.3 Comportement aux interfaces

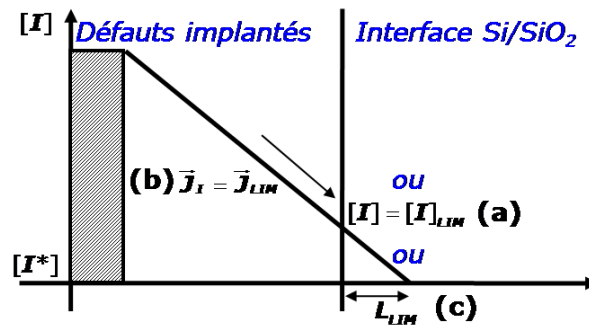
L'ensemble des phénomènes que nous avons évoqué permet de déterminer la diffusion des dopants et des défauts ponctuels dans le silicium. La simulation complète des étapes de fabrication d'un dispositif exige néanmoins de connaître les conditions aux limites. Nous pouvons alors représenter l'ensemble des impuretés formées et l'ensemble des phénomènes liés à la diffusion, par la figure (I.12). En particulier, il est nécessaire de modéliser le comportement des différentes impuretés aux interfaces entre le silicium et l'oxyde ( $SiO_2$ ).

L'interface entre le silicium et l'oxyde de grille ou l'oxyde enterré est un site d'injection ou de dissolution des défauts ponctuels. Son comportement dépend du procédé mis en jeu : l'oxydation provoque une diffusion accélérée<sup>15</sup> du bore et du phosphore par injection d'interstitiels [109, 125] et la nitruration accélère la diffusion<sup>16</sup> de l'arsenic et l'antimoine par injection de lacunes.

En absence de réaction à l'interface, l'oxyde de grille ou l'oxyde enterré sont un piège pour les interstitiels [126, 127, 128, 129, 130]. La dissolution des interstitiels à l'interface est régie par plusieurs paramètres : concentration limite des interstitiels  $[I]_{LIM}$  [131](figure (I.13)(a)), flux fixe interstitiels  $J_{LIM}$  [125](figure (I.13)(b)), ou libre parcours moyen d'annihilation des interstitiels  $L_{LIM}$  [127](figure (I.13)(c)). En prolongeant le silicium dans l'oxyde sur la distance  $L_{LIM}$ , de l'ordre de quelques nm [127] et en imposant comme condition aux limites que la concentration d'interstitiels est à l'équilibre ( $[I] = [I^*]$ ), le flux d'interstitiels simulé dans le silicium est équivalent au flux réel de recombinaison [127]. Une distance de recombinaison importante correspond à un gradient de concentration d'interstitiels faible et à un flux d'interstitiels moins important.

15. OED : Oxydation Enhanced Diffusion

16. NED : Nitridation Enhanced Diffusion



**FIGURE I.13** – Différents modèles de dissolution des interstitiels à l'interface entre le silicium et l'oxyde, représentés dans le cas d'implantation d'une bande de *Si* dans un film SOI.

- (a) : concentration limite d'interstitiels.
- (b) : flux de diffusion constant.
- (c) : longueur d'annihilation d'interstitiels.

La dissolution des interstitiels influence la concentration des défauts ponctuels et l'équilibre des défauts étendus et des agrégats de dopants. La manifestation de la TED est moins marquée dans les technologies SOI que dans les dispositifs sur silicium massif : l'interface avec l'oxyde enterré est un puits pour les interstitiels et une partie des interstitiels introduits par implantation est perdue dans l'oxyde [125, 126, 128, 129, 130]. Ainsi, il y a une cinétique de diffusion différente entre un substrat massif et un substrat SOI.

L'interface entre l'oxyde et le silicium est également responsable de la ségrégation de l'arsenic : une dose significative du dopant est piégée au voisinage de l'interface *Si* – *SiO*<sub>2</sub>. L'arsenic est inactif de l'interface jusqu'à quelques nm de profondeur et la ségrégation peut causer jusqu'à 70% de la désactivation des atomes implantés [132]. L'interface constitue une source d'arsenic qui peut diffuser dans le silicium et dans l'oxyde. Selon le coefficient de diffusion de l'arsenic dans le *SiO*<sub>2</sub>, il est donc possible de perdre de l'arsenic par exo-diffusion [120].

Le modèle de simulation utilisé pour représenter la ségrégation de l'arsenic, validé par l'état de l'art [131], est un équilibre cinétique entre trois espèces [133] : l'arsenic présent dans le silicium, l'arsenic présent dans l'oxyde, et l'arsenic piégé autour de l'interface. Le bore est simulé par le même modèle.

En résumé, la diffusion et l'activation des dopants sont soumises aux phénomènes suivants.

- La diffusion des dopants se fait par couplage avec les défauts ponctuels. Lorsqu'ils ne sont pas appariés avec un défaut, les dopants sont considérés comme immobiles. La diffusion est séparée en mécanismes de diffusion assistée par les lacunes et de diffusion assistée par les interstitiels.
- Seuls les dopants en site substitutionnel sont électriquement actifs. Les dopants inactifs comportent les dopants en sites interstitiels, les dopants présents dans les agrégats, les précipités, et les dopants piégés par les interfaces.
- Les concentrations des lacunes et des interstitiels sont hors équilibre. Leur valeur dépend des défauts introduits par l'implantation et de l'injection de défauts par les défauts étendus et les agrégats de dopants.



Nous utilisons le logiciel *SPROCESS* de *SYNOPTSYS* pour simuler l'élaboration des transistors que nous avons étudiés [134, 135]. Nous travaillons avec les modèles avancés de la version 2009, qui comportent les simplifications suivantes :

- La formation des agrégats d'arsenic est simplifiée : une seule réaction symbolise l'équilibre entre le nombre d'agrégats (de tous types) et la concentration de dopants et de défauts libres [136]. Le résultat de cet équilibre permet d'exprimer le taux de génération et de recombinaison des différentes espèces.
- Les lacunes ne forment pas de défauts étendus. Pour les interstitiels, seule la formation des défauts étendus  $\langle 311 \rangle$  est prise en compte.
- L'évolution des dopants (bore et arsenic) à l'interface entre le silicium et l'oxyde est simulée par un modèle à trois phases : concentration dans le silicium, concentration dans l'oxyde, et concentration piégée entre les deux. L'interface est également considérée comme un puits pour les interstitiels, par une vitesse de flux de défauts ponctuels.

## I.5 Caractérisation des dopants et simulation numérique

La caractérisation des dopants est motivée par des besoins de l'analyse de défaillance et de la calibration des modèles de simulation, afin de les rendre plus prédictifs [137]. Les modèles de simulation d'implantation et de diffusion des dopants s'intéressent habituellement à la concentration des dopants (active ou chimique), des informations que les techniques de caractérisation ne reflètent qu'indirectement. Par exemple, la sonde atomique donne accès à la position des atomes [25], la SSRM à la résistivité locale [138], et l'holographie au potentiel interne [63]. De plus chaque technique comporte ses propres artefacts qui rendent une comparaison quantitative avec la simulation difficile.

Il y a donc plusieurs approches dans l'utilisation de la caractérisation pour la validation des modèles de simulation.

C'est d'abord la caractérisation de cas dédiés qui permet de calibrer la simulation. Ainsi, la diffusion du bore en 2D, assistée par les interstitiels (TED) a été validée par la SCM [139, 140] et l'holographie électronique [87]. De même la ségrégation de l'arsenic a été mesurée par sonde atomique [141, 142] et cartographie chimique par EELS [58, 59].

Pour les dispositifs, une première approche est de limiter les informations extraites de la caractérisation aux caractéristiques qualitatives. Ainsi, l'holographie [66, 86, 71], la SCM [143, 144], et la SSRM [145, 53] ont permis le délinéament de la jonction électrique des dispositifs étudiés. Avec des hypothèses simplificatrices sur les concentrations, ne prenant pas en compte les artefacts des techniques, il est possible de calibrer la simulation 2D pour faire correspondre la largeur active du canal et l'extension des jonctions drain et source. Des dispositifs simulés en 2D ont ainsi été calibrés par l'holographie électronique [146, 71, 64], la SSRM [147] et par la sonde atomique [142]. Cette approche exige de bien connaître les limites de la technique et de cerner dans quelle mesure les résultats extraits sont valides. La contribution d'une technique complémentaire comme la SIMS [148, 147, 67, 149] est un atout pour ces analyses.

Une seconde approche est de prendre en compte les artefacts et les singularités issus d'une technique pour les implémenter dans la simulation TCAD, afin de réaliser une comparaison entre l'image simulée et l'image obtenue par caractérisation. Dans le cadre de la SCM, la simulation a été utilisée pour prendre en compte l'influence des propriétés de la pointe de mesure et de l'oxyde de surface sur la capacité mesurée [150, 151, 152]. Dans celui de la SSRM, les courbes de réponse en tension et en intensité ont été calibrées pour plusieurs hypothèses de contact, puis un simulateur a permis de faire correspondre des cartographies simulées de concentrations de porteurs [53] aux images SSRM. Le potentiel électrostatique obtenu en holographie est reconstruit en simulation à partir de la répartition de dopants [80, 71]. Lors de l'observation de jonctions  $p$ - $n$ , la couche inactive et la formation d'une zone de déplétion à la surface d'une lame MET ont été pris en compte [88, 78, 83].

## I.6 Conclusion : l'holographie électronique pour assister la simulation numérique

En conclusion, nous avons passé en revue les performances et le fonctionnement des techniques de caractérisation 2D de dopants les plus usitées. Il convient de distinguer la concentration chimique (totale), mise en jeu dans les phénomènes de diffusion, des concentrations de porteurs liées à la concentration active de dopants et déterminant les propriétés électroniques du dispositif. La sonde atomique, la SIMS, l'EELS et l'EDX sont des techniques de caractérisation chimique, alors que la SCM, la KFM, la SSRM, le MEB et l'holographie sont des techniques de caractérisations électroniques, comme illustré dans le tableau (I.3). Parmi les techniques disponibles, celles à même de répondre aux problématiques de la micro-électronique peuvent être distinguées par deux paramètres : la résolution spatiale et la sensibilité aux dopants actifs. Avec comme objectif une résolution  $< 10$  nm et une plage de détection de  $10^{18}$  at.cm $^{-3}$  à  $10^{20}$  at.cm $^{-3}$  [153], nous pouvons isoler la SSRM, la sonde atomique, le MEB, et l'holographie électronique comme techniques prometteuses pour la quantification 2D des dopants. Les autres techniques, en particulier la SIMS, ne sont pas à écarter car ils fournissent des informations complémentaires pertinentes.

Technique	Plage de détection	Résolution	Quantification	Quantité mesurée
SIMS	$10^{13} - 10^{21}$ at.cm $^{-3}$	$> 1 \mu\text{m}$	oui	Concentration chimique
APT	atome	0,5 nm	oui	Position des atomes
<i>KFM</i>	$10^{15} - 10^{20}$ at.cm $^{-3}$	50 nm	<i>oui</i>	<i>Travail de sortie</i>
<i>SCM</i>	$10^{15} - 10^{20}$ at.cm $^{-3}$	$> 10$ nm	<i>semi-quantitatif</i>	<i>Capacité de MIS</i>
<i>SSRM</i>	$10^{15} - 10^{20}$ at.cm $^{-3}$	50 nm	<i>semi-quantitatif</i>	<i>Résistivité</i>
<i>MEB</i>	$10^{15} - 10^{21}$ at.cm $^{-3}$	2 nm	<i>non</i>	<i>Travail de sortie</i>
EELS	$10^{19} - 10^{21}$ at.cm $^{-3}$	2 nm	oui	Concentration chimique
<i>Holographie</i>	$10^{17} - 10^{21}$ at.cm $^{-3}$	5 nm	<i>oui</i>	<i>Potentiel électrostatique</i>

**TABLE I.3** – Techniques de caractérisation de la répartition de dopants dans les semi-conducteurs. Les techniques *mises en évidence* sont sensibles à la répartition des dopants actifs.

L'holographie est une technique permettant la caractérisation des dopants à l'échelle nanométrique. Elle détermine le profil d'une jonction électrique avec une précision de quelques nanomètres. Elle est préconisée pour les forts dopages, mais détecte également des niveaux faibles de l'ordre de  $10^{17}$  at.cm $^{-3}$ . Elle donne accès directement au potentiel électrostatique avec un champ de vue important, suffisant pour observer les dispositifs standard. L'holographie est également compatible avec le FIB, une technique de préparation d'échantillons rapide, précise, et reproductible. Le MET est un instrument incluant plusieurs techniques de mesure non destructives. Un même échantillon peut être utilisé pour plusieurs techniques d'observation complémentaires (EELS, holographie, EDX etc. . .).

Nous avons également étudié les modèles d'implantation et de diffusion des dopants, en particulier sur les substrats SOI. Dans nos transistors, les effets les plus délicats à simuler sont le comportement des dopants et des défauts ponctuels aux interfaces entre le silicium et l'oxyde enterré et la formation d'agrégats d'arsenic à forte concentration. Le logiciel *SPROCESS* de *SYNOPTICS* est le logiciel le plus proche de l'état de l'art pour une large gamme de procédés de fabrication (participation de *SYNOPTICS* à de nombreux projets, comme le projet européen Atomics).

## Chapitre II

# Holographie électronique "off-axis"

En 1948, D. Gabor imagine d'utiliser des interférences entre deux ondes électroniques pour déterminer la forme de leur front d'onde [154]. En effet, cette information est perdue lors d'une acquisition en champ clair, qui est seulement sensible à l'amplitude. Il invente l'holographie. Les applications de l'holographie se sont ensuite diversifiées [155]. L'holographie électronique "off axis", fait son apparition en 1974 [156] avec l'introduction du biprisme électronique dans un MET.

Dans ce chapitre, nous présentons l'holographie électronique "off-axis" pour le semi-conducteurs : son principe, sa mise en œuvre dans un MET, et ses performances. Nous présentons d'abord la physique de l'holographie électronique "off-axis". En utilisant un modèle ondulatoire simplifié, nous analysons la formation de l'hologramme et le traitement nécessaire à l'extraction d'informations pertinentes. Nous montrerons également, en utilisant la physique du semi-conducteur, la nature exacte de l'information mesurée. Nous analyserons les limites de cette technique, en termes de résolution spatiale, de sensibilité, et d'apparition d'artefacts. Enfin, nous détaillerons la mise en œuvre de l'holographie dans un MET.

### II.1 Physique de l'holographie

La caractérisation par holographie électronique est fondée sur le changement de phase que subit onde électronique lorsqu'elle transite dans un champ électromagnétique. Le déphasage entre le faisceau objet et le faisceau de référence est contenu dans l'hologramme. Pour expliquer les interférences, l'électron est considéré comme une onde monochromatique. Les variations de la phase étant sensibles au champ électrostatique, elles révèlent la répartition des charges dans un matériau.

#### II.1.1 Formation de l'hologramme par l'expérience des fentes de Young

En raison de la dualité onde corpuscule, postulée par Louis de Broglie [157], les électrons, classiquement décrits comme des particules, peuvent être considérés comme une onde dont la longueur d'onde  $\lambda$  est liée à l'énergie du faisceau  $E$  par l'équation

$$\lambda = \frac{h}{p_m} = \frac{h}{\sqrt{2m_0E}} \quad (\text{II.1})$$

où  $h$  est la constante de Planck,  $p_m$  la quantité de mouvement de l'électron,  $m_0$  sa masse au repos, et  $E$  son énergie cinétique. Pour une vitesse relativiste, cette équation devient

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0E(1 + \frac{E}{2m_0c^2})}}. \quad (\text{II.2})$$

L'énergie  $E$  de l'électron dans un microscope est reliée à la tension d'accélération du faisceau  $V$ , et à la charge  $|e|$  de l'électron par

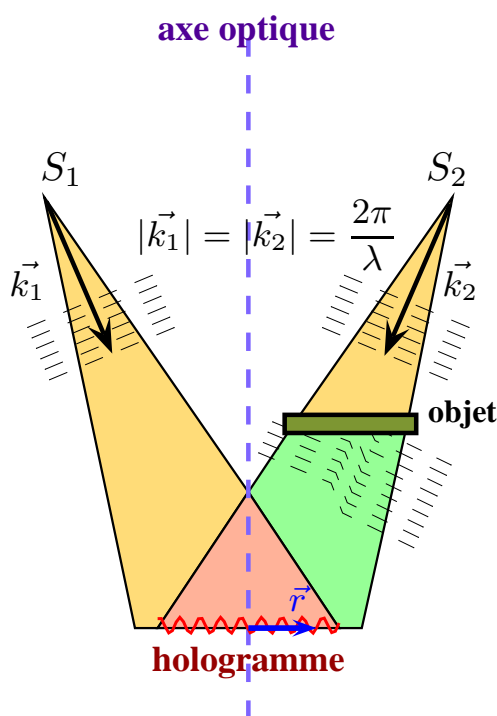
$$E = |e|V.$$

La correction relativiste fait apparaître un facteur dépendant de la vitesse  $c$  de la lumière dans le vide. En effet, pour les énergies qui seront mises en jeu ( $E > 100$  keV) la vitesse des électrons est supérieure à la moitié de la vitesse de la lumière [157]. Pour une tension d'accélération de 200 kV par exemple, la longueur d'onde des électrons vaut 2,51 pm. A titre de comparaison, la longueur d'onde de la lumière visible s'étend entre 400 nm et 700 nm. Cette différence est critique pour la résolution spatiale des instruments utilisés. En effet, selon le critère de Rayleigh [157], en raison de la diffraction, un dispositif optique à lentilles circulaires, dans le vide, peut au mieux distinguer deux points distants de

$$\delta = 0,61 \frac{\lambda}{\sin(\theta)} \quad (\text{II.3})$$

où  $\theta$  est l'ouverture angulaire de l'optique utilisée. L'ouverture angulaire d'un dispositif optique prend en compte l'ensemble des lentilles. En TEM, la résolution spatiale résulte d'un compromis entre la limite de diffraction et l'aberration sphérique.

En holographie "off axis", deux sources virtuelles cohérentes sont formées à partir du faisceau primaire. La position des sources virtuelles, de part et d'autre de l'axe optique, justifie l'appellation de la technique ("hors axe" ou "off-axis"). Son principe est similaire à l'expérience des fentes de Young, dont le principe est exposé dans la figure (II.1).



**FIGURE II.1** – Schéma de principe de l'holographie "off-axis". Les interférences entre l'onde de référence, de vecteur d'onde  $\vec{k}_1 = k n \vec{e}_1$  et l'onde objet, de vecteur d'onde  $\vec{k}_2 = k n \vec{e}_2$ , produisent un hologramme.

Une onde de référence et une onde objet, de vecteurs d'onde respectifs  $\vec{k}_1 = k\vec{n}_1$  et  $\vec{k}_2 = k\vec{n}_2$  et de module  $k$ , forment un hologramme dans le plan objet.  $k$  est défini par

$$k = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (\text{II.4})$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde de l'électrons, (équation (II.2)).  $\vec{n}_1$  et  $\vec{n}_2$  sont les vecteurs unitaires définissant la direction de propagation des ondes depuis les sources virtuelles  $S_1$  et  $S_2$ . Les deux vecteurs unitaires sont symétriques par rapport à l'axe optique. La distance entre les sources et l'axe optique étant faible par rapport à la distance entre les sources et l'hologramme, nous assimilons l'onde objet et l'onde de référence à des ondes planes. L'onde de référence est normalisée : son amplitude est unitaire. L'onde de référence  $s_{ref}(\vec{r})$  de coordonnées  $\vec{r}$  dans le plan de formation des interférences (plan image) est dirigée selon  $\vec{n}_1$  et s'exprime par

$$s_{ref}(\vec{r}) = e^{ik\vec{n}_1 \cdot \vec{r}}. \quad (\text{II.5})$$

L'onde objet normalisée

$$s_{obj}(\vec{r}) = A(\vec{r})e^{ik\vec{n}_2 \cdot \vec{r} + \varphi(\vec{r})}. \quad (\text{II.6})$$

est dirigée selon  $\vec{n}_2$  et est modulée en phase  $\varphi(\vec{r})$  et en amplitude  $A(\vec{r})$  par l'échantillon.

Le signal au niveau de l'hologramme est la somme de l'onde objet et de l'onde de référence. Cette opération introduit une valeur importante :  $\vec{q} = k(\vec{n}_1 - \vec{n}_2)$ , de norme  $|\vec{q}| = q$  et dirigé selon le vecteur unitaire  $\vec{n}_q$ . La différence de vecteur d'onde est parallèle au plan de l'hologramme et dirigée selon  $\vec{S}_1\vec{S}_2$ . Elle dépend du vecteur d'onde  $k$  et de l'écart des sources virtuelles. L'onde résultante  $s_{tot}(\vec{r})$  au niveau de l'hologramme est égal à

$$s_{tot}(\vec{r}) = e^{i\vec{k}_1 \cdot \vec{r}}(A(\vec{r})e^{i\vec{q} \cdot \vec{r} + \varphi(\vec{r})} + 1). \quad (\text{II.7})$$

Son intensité  $I(\vec{r})$  est une quantité accessible à la mesure, elle vaut

$$I(\vec{r}) = |s_{tot}(\vec{r})|^2 = 1 + A(\vec{r})^2 + 2A(\vec{r}) \cos(\vec{q} \cdot \vec{r} + \varphi(\vec{r})). \quad (\text{II.8})$$

Nous rappelons que la transformée de Fourier spatiale  $G(\vec{\nu}) = G(\nu_x, \nu_y)$  d'une fonction  $g(\vec{r})$  définie sur le plan de l'hologramme, avec  $\vec{r} = (x, y)$ , s'exprime sous la forme :

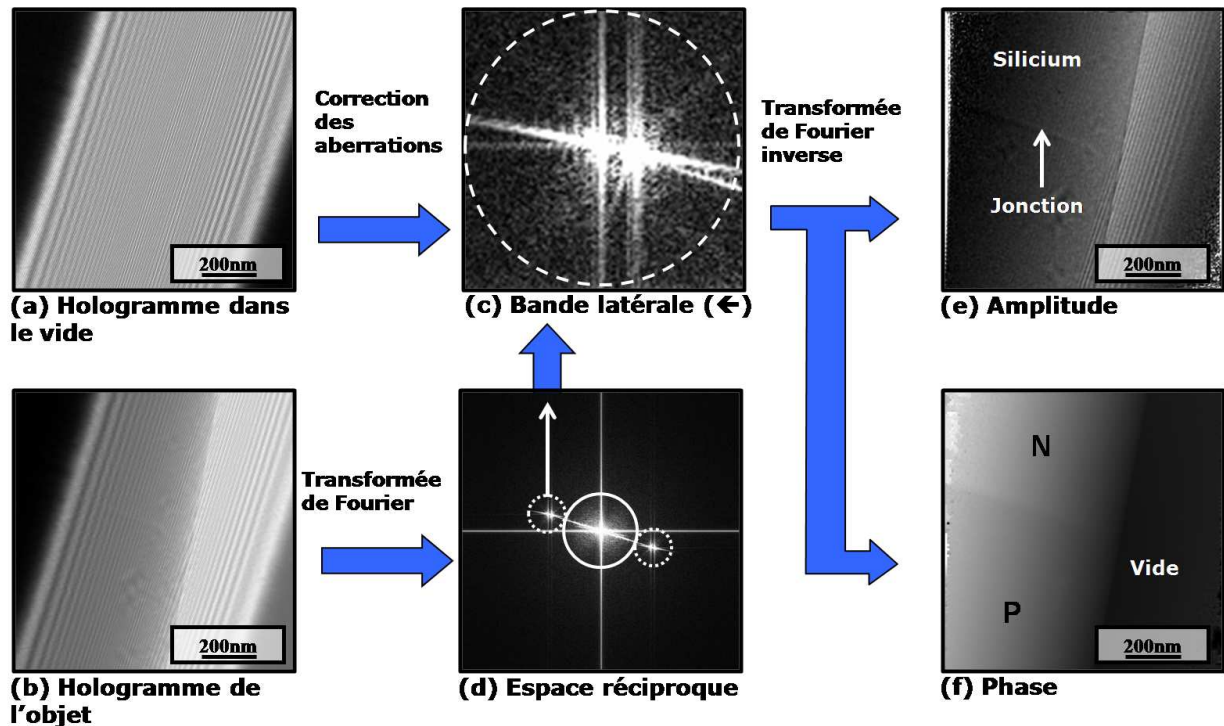
$$F(g(\vec{r})) = G(\vec{\nu}) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} g(x, y) e^{-2i\pi(x \cdot \nu_x + y \cdot \nu_y)} dx dy.$$

La transformée de Fourier inverse  $G(\vec{\nu})$  est égale à :

$$g(\vec{r}) = F^{-1}(G(\vec{\nu})) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} G(\nu_x, \nu_y) e^{2i\pi(x \cdot \nu_x + y \cdot \nu_y)} d\nu_x d\nu_y.$$

Les différentes étapes d'extraction de la phase d'un hologramme sont présentées dans la figure (II.2), dans le cas d'une jonction  $p$ - $n$ . En utilisant les conventions de la figure (II.1), la transformée de Fourier de l'intensité de l'hologramme s'exprime sous la forme

$$F(I(\vec{r})) = \underbrace{\delta(\vec{\nu}) + F(A^2(\vec{r}))}_{\text{bande centrale}} + \underbrace{\delta(\vec{\nu} - \frac{q}{2\pi} \vec{n}_q) \otimes F(A(\vec{r})e^{\varphi(\vec{r})})}_{\text{bande latérale directe}} + \underbrace{\delta(\vec{\nu} + \frac{q}{2\pi} \vec{n}_q) \otimes F(A(\vec{r})e^{-\varphi(\vec{r})})}_{\text{bande latérale indirecte}}. \quad (\text{II.9})$$



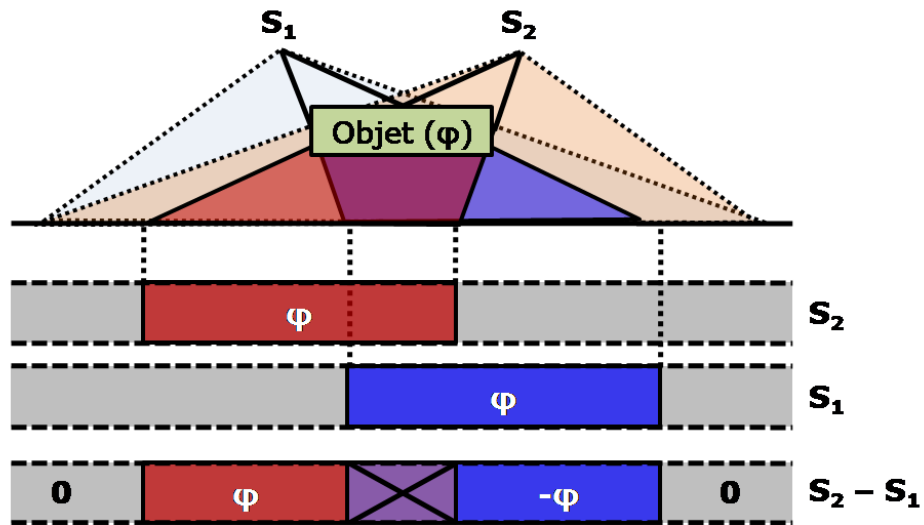
**FIGURE II.2** – Protocole d'extraction de la phase sur une jonction  $p$ - $n$  dans un biseau de silicium. La jonction est dopée par épitaxie à  $10^{19}$  at.cm $^{-3}$  de bore (côté  $p$ ) et  $10^{19}$  at.cm $^{-3}$  de phosphore (côté  $n$ ). Le contraste en amplitude révèle les variations d'épaisseur dans le silicium. La jonction apparaît sous la forme d'une ligne sombre, par un procédé similaire à l'holographie "in-line" [155, 158, 159]. Le contraste de phase révèle en plus les différences de dopage de chaque côté de la jonction ( $n$  et  $p$  ont des contrastes opposés). L'image de phase (f) a été redressée pour une meilleure compréhension.

L'hologramme de référence (a) et l'hologramme objet (b) subissent une transformée de Fourier. La transformée de l'hologramme objet est montrée en (d). On isole une bande latérale (dans ce cas la bande supérieure) (c). Une transformée de Fourier inverse permet de récupérer une image complexe dont le module (e) correspond à l'amplitude de l'onde objet et dont l'argument (f) correspond à la phase de l'onde objet, à  $2\pi$  et un signe près (selon le choix de la bande latérale).

Les points de l'espace réciproque  $\frac{q \vec{n}_q}{2\pi}$  et  $-\frac{q \vec{n}_q}{2\pi}$  sont les centres des bandes latérales. Chaque bande latérale exprime directement la transformée de Fourier de l'onde objet (bande directe), ou son conjugué (bande indirecte). Comme illustré dans la figure (II.2), en isolant une bande latérale, en la translatant à la fréquence nulle, et en réalisant une transformée de Fourier inverse, on extrait de l'hologramme la modulation de l'amplitude et de la phase de l'onde objet.

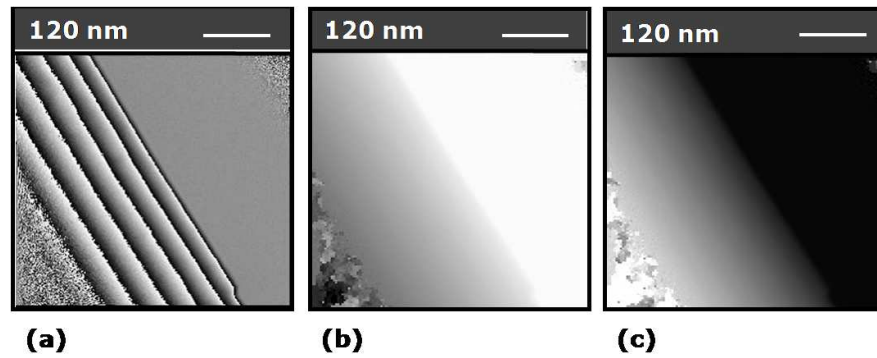
La phase est définie modulo  $2\pi$  et au signe près : dans un cas réel, il est difficile de déterminer laquelle des sources secondaires  $S_1$  ou  $S_2$  correspond à l'onde objet. Comme illustré dans la figure (II.3), dans une situation réelle, les interférences ne se créent pas entre une onde objet et une onde de référence, mais entre deux projections décalées de l'objet. Le choix de l'onde de référence se reporte sur l'algorithme de reconstruction : l'intervention des rôles des deux ondes secondaires échange également les rôles de bande latérale directe et indirecte.

La meilleure méthode pour déterminer la bande directe est de se référer aux propriétés de l'échantillon. Comme illustré dans la figure (II.4), cette approche est également valable pour la définition



**FIGURE II.3** – Application du schéma de la figure (II.1) dans le cas d'un échantillon suffisamment étendu pour couper à la fois le faisceau objet et le faisceau de référence. L'objet considéré introduit un saut de phase constant  $\varphi$ . Les interférences de l'hologramme sont le résultat de la superposition de deux image de l'objet, décalées entre elles en fonction de l'écart des sources. Sur deux régions, nous retrouvons des interférences entre une onde de référence et une onde objet, avec interversion des rôles entre les sources  $S_1$  et  $S_2$  de l'une à l'autre. En conservant la convention de  $S_2$  comme source secondaire objet (voir figure (II.1)), nous mesurons l'opposé de la phase voulue sur la région de droite.

modulo  $2\pi$ .



**FIGURE II.4** – Différentes images de phase obtenues sur un biseau de silicium.

La phase obtenue directement par l'algorithme (a) est discontinue.

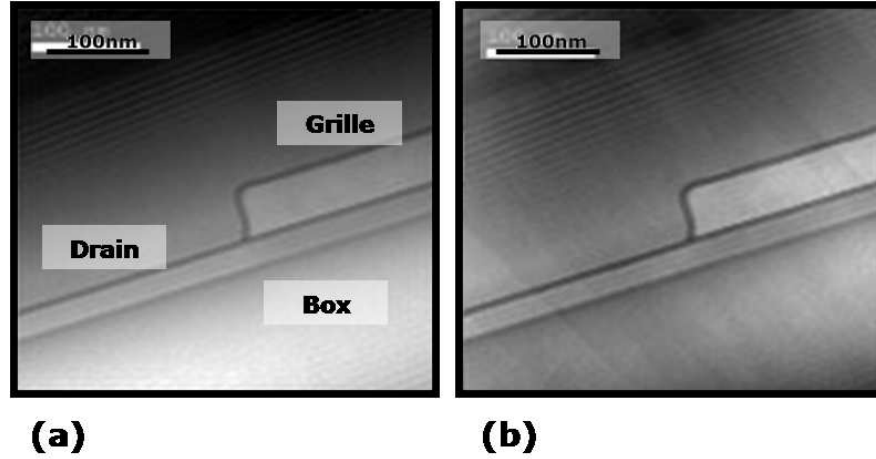
Nous obtenons la phase redressée (b) en considérant que la variation de phase est continue sur ce type d'échantillon (la phase est proportionnelle à l'épaisseur).

Sachant que le potentiel est nul dans le vide et positif dans un matériau, nous déduisons que la phase de (b) a été reconstruite à partir de la bande indirecte et que la bonne représentation, redressée et opposée, est l'image (c).

En général, les ondes mises en jeu comportent une distorsion de phase inhérente aux aberrations du microscope [154]. Ainsi, la phase d'une onde dans le vide n'est pas constante, mais présente une distorsion  $\psi(\vec{r})$  mise en évidence dans la figure (II.5). C'est pourquoi l'acquisition d'un hologramme objet est associée à une acquisition d'un hologramme dans le vide. La phase que l'on cherche à



mesurer  $\varphi_{obj}(\vec{r})$  est la différence entre la phase objet totale  $\varphi_{tot}(\vec{r})$  (signal et aberrations) et la phase dans le vide  $\psi(\vec{r})$ .



**FIGURE II.5** – Image de phase reconstruite avec hologramme dans le vide (a) et avec l'hologramme objet seul (b). L'échantillon est un MOS SOI de test avec dopage arsenic dans le drain. Une demi-structure est représentée. La structure est détaillée dans le chapitre 4. L'image reconstruite sans hologramme dans le vide présente des stries caractéristiques des effets de la caméra enregistrant le signal.

Habituellement, on considère que les maxima fréquentiels latéraux correspondent aux vecteurs  $\frac{q \vec{n}_q}{2\pi}$  et  $-\frac{q \vec{n}_q}{2\pi}$ , en faisant l'hypothèse que l'harmonique fondamentale de l'onde objet est prédominante. Cette approximation n'est pas toujours vérifiée : un biseau, par exemple, privilégierait des fréquences plus élevées que l'harmonique fondamentale (voir la figure (II.2)(c), qui comporte l'harmonique fondamental du vide à gauche et un harmonique secondaire causé par le biseau). L'hologramme d'une onde dans le vide, au contraire, ne véhicule que les informations correctives. Ainsi, la phase de l'onde est régulière en première approximation. Dans l'espace réciproque, l'hologramme du vide présente donc des maxima latéraux coïncidant avec les fréquences de translation [154].

Pour un objet de phase ( $A(\vec{r}) = 1$ ), les extremums de l'intensité normalisée<sup>1</sup> des franges ( $I_{min}$  et  $I_{max}$ ) valent respectivement 0 et 4 (équation (II.8)). La visibilité des franges d'interférences  $\mu$  est une mesure de contraste définie par

$$\mu = \frac{I_{max} - I_{min}}{I_{max} + I_{min}}. \quad (\text{II.10})$$

En raisons de limites instrumentales,  $I_{min} > 0$  et  $\mu < 1$ . En prenant en compte la distorsion de phase et la visibilité limitée des franges d'interférences, on obtient pour l'onde totale au niveau de l'hologramme l'expression finale

$$s_{tot}(\vec{r}) = \mu e^{ik\vec{n}_1 \cdot \vec{r}} (A(\vec{r}) e^{i\vec{q} \cdot \vec{r} + \varphi(\vec{r}) - \psi(\vec{r})} + 1) \quad (\text{II.11})$$

qui possède pour intensité

$$I(\vec{r}) = |s_{tot}(\vec{r})|^2 = 1 + A^2(\vec{r}) + 2\mu A(\vec{r}) \cos(\vec{q} \cdot \vec{r} + \varphi(\vec{r}) - \psi(\vec{r})). \quad (\text{II.12})$$

1. La normalisation a été effectuée à partir de l'amplitude de l'onde de référence (voir l'équation (II.5))

En résumé, l'extraction de la phase d'une onde objet se fait donc selon les étapes suivantes (figure (II.2)) :

- Acquisition d'un hologramme dans le vide pour prendre en compte la distorsion du microscope.
- Acquisition d'un hologramme de l'objet dans les mêmes conditions.
- Soustraction de la valeur moyenne des hologrammes, pour des raisons algorithmiques
- Transformée de Fourier des 2 hologrammes. Apparition des bandes latérales et de la bande centrale.
- Détermination des centres des bandes latérales correspondant aux maxima locaux de la transformée de l'hologramme dans le vide.
- Extraction, centrage, filtrage, et mise en forme d'une bande latérale.
- Transformée de Fourier inverse de la bande latérale (de l'hologramme dans le vide et de l'hologramme objet). Obtention d'une image complexe

$$s_{algo}(\vec{r}) = A(\vec{r})e^{i\varphi_{algo}(\vec{r})}$$

avec

$$\varphi_{algo}(\vec{r}) = \varphi_{reel}(\vec{r}) \text{ modulo } 2\pi.$$

- Soustraction de la phase de distorsion à la phase totale.

La reconstruction de l'onde objet impose d'isoler une bande latérale de la bande centrale. Les hautes fréquences de la bande latérale sont parasitées par les fréquences de la bande centrale. Les hautes fréquences sont habituellement négligeables vis à vis des plus basses, on peut donc reconstruire l'onde objet. Néanmoins, la présence de la bande centrale impose de couper les hautes fréquences au mieux au tiers de la fréquence de translation de la bande latérale :  $\frac{q}{6\pi}$ , (figure (II.2)). La résolution spatiale de l'holographie électronique est directement définie par l'algorithme de reconstruction ; elle est égale à 3 fois la période des franges d'interférence ; soit :

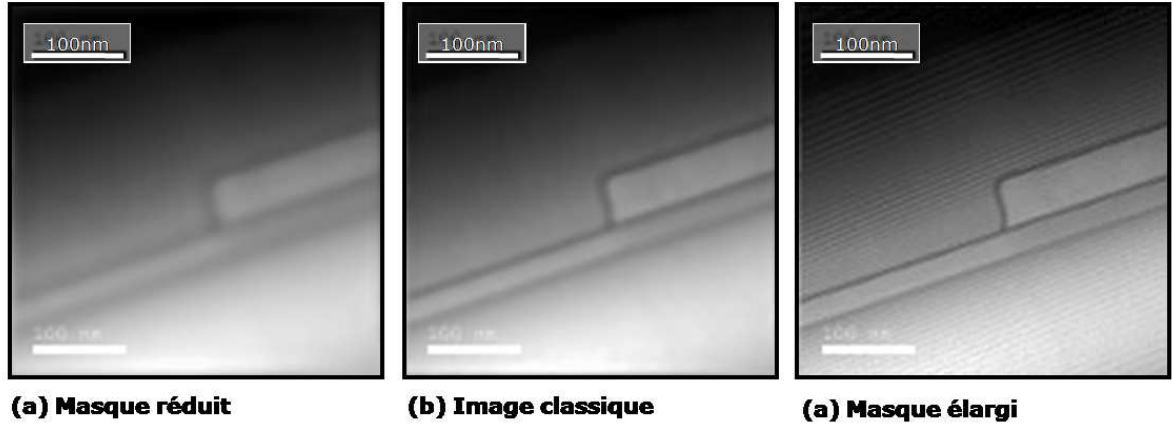
$$\delta_{holographie} = 3T = \frac{6\pi}{q}. \quad (\text{II.13})$$

La perte de résolution est due à la convolution de la phase par une fonction de transfert ponctuelle (PSF : Point Spreading Function), dont l'expression est la transformée de Fourier du masque utilisé pour isoler la bande latérale. Pour l'holographie "off-axis",  $\delta_{holographie}$  est de l'ordre de quelques nm.

Usuellement, l'algorithme de reconstruction sélectionne automatiquement la fréquence de coupure, mais l'utilisateur peut prendre le risque de régler lui même la largeur spectrale sélectionnée. Ainsi, si l'on cherche par exemple à localiser une jonction électrique, la résolution de la technique a peu d'influence. La PSF lisse le profil et émousse les arêtes du profil, mais la position de la jonction est toujours retrouvée avec précision. Par contre, le profil perd les harmoniques hautes fréquences et restitue avec moins de fidélité le profil quantitatif du potentiel.

Un filtre fréquentiel étroit introduit un flou sur image, comme illustré dans la figure (II.6). Un filtre plus large conduit à une image plus nette, mais les hautes fréquences de la bande centrale se manifestent par l'apparition de franges parasites orientées dans le sens des franges de l'hologramme. Bien que la phase obtenue dans ce cas soit trop bruitée pour une quantification, une telle image fait

ressortir la topographie de l'échantillon. Les franges parasites ne gênent pas la détection de contours.



**FIGURE II.6** – Image de phase d'un MOS SOI de test. Le masque de sélection de la bande latérale est fixé par l'utilisateur pour couvrir une zone réduite (a), la zone par défaut (b) et une zone large (c). L'élargissement du masque fréquentiel donne une image plus nette et une meilleure résolution. A partir d'un certain seuil apparaissent des franges parallèles entre elles. Ce sont des manifestations des hautes fréquences de la bande centrale qui parasitent la bande latérale.

### II.1.2 Sensibilité de la phase d'une onde au potentiel électrostatique

Un faisceau électronique est sensible au champ électromagnétique. Un électron dans un champ magnétique est soumis à la force de Lorentz. Un champ électrique stationnaire introduit également une force sur l'électron. La variation de vitesse de l'onde modifie la longueur d'onde et introduit un déphasage au niveau de l'hologramme [154]. En présence d'un potentiel électrostatique  $V_{in}$ , la nouvelle longueur d'onde  $\lambda_{in}$  d'un électron accélérée à une tension  $V$  est égale à

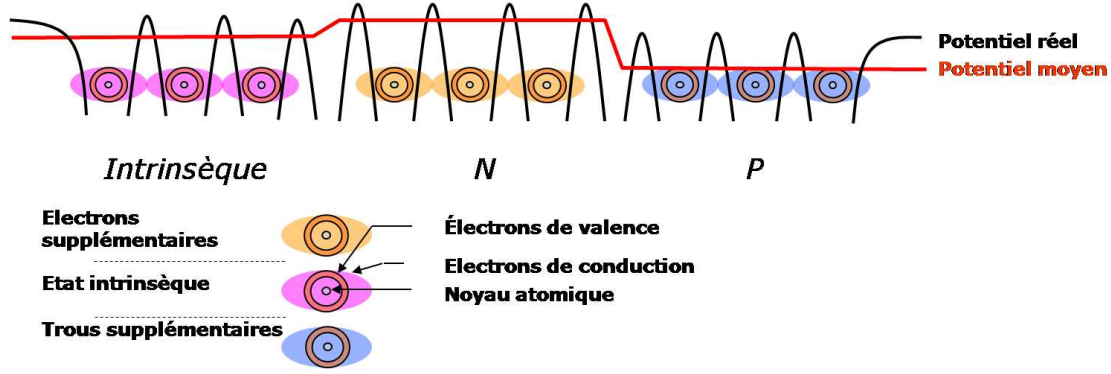
$$\lambda_{in} = \frac{h}{\sqrt{2m_0e(V + V_{in})(1 + \frac{eV}{2m_0c^2})}}. \quad (\text{II.14})$$

On définit le repère de l'espace par les coordonnées  $(x, y, z)$  dans le plan de l'hologramme ( $\vec{r} = (x \vec{u}_x, y \vec{u}_y)$ ) et par sa normale ( $\vec{u}_z$ ). Avec l'approximation utilisée, ( $\vec{u}_z$ ) représente également la direction de parcours des électrons, qui s'effectue sur un intervalle  $traj[z]$ . La différence de phase entre une onde dans le vide et une onde parcourant la même région de l'espace dans un champ électromagnétique, décrit par le potentiel vecteur magnétique  $\vec{A} = (A_x, A_y, A_z)$  et le potentiel électrostatique  $V_{in}$ , s'exprime [154, 60]

$$\Delta\varphi(\vec{r}) = \underbrace{C_E \cdot \int_{traj[z]} V_{in}(x, y, z) dz}_{\text{champ électrostatique}} - \underbrace{\frac{e}{\hbar} \int_{traj[z]} A_z(x, y, z) dz}_{\text{champ magnétique}}. \quad (\text{II.15})$$

Le coefficient  $C_E$  dépend de l'énergie des électrons ; nous avons :

$$C_E = \frac{2\pi|e|}{\lambda} \frac{(E + E_0)}{E(E + 2E_0)}. \quad (\text{II.16})$$



**FIGURE II.7** – Schéma 1D de structure du potentiel coulombien dans une matrice cristalline. Un excès de trous (droite) ou d'électrons (milieu) modifie les profils de potentiel réels et augmente ou diminue le potentiel moyen interne vis à vis du potentiel intrinsèque (gauche)

$E_0 = m_0 c^2$  est l'énergie de l'électron au repos. Pour une tension d'accélération de 200 kV,  $C_E$  vaut  $7,29 \cdot 10^{-3} \text{ rad nm}^{-1} \text{eV}^{-1}$ . A titre d'exemple, un saut de potentiel de 1V dans le silicium est associé à une jonction dont les taux de dopage  $n$  et  $p$  sont de  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$ . Dans ces conditions, une lamelle de 100 nm d'épaisseur induit un saut de phase de 0,7 rad.

L'holographie est utilisée pour de nombreuses applications [160]. Pour la mesure des dopants, le champ magnétique et un potentiel électrostatique doivent être nuls en dehors de l'échantillon. En absence de champ magnétique, l'équation (II.15) se simplifie, nous avons :

$$\Delta(\varphi)(x, y) = C_E V_m(x, y) t(x, y). \quad (\text{II.17})$$

Dans cette équation,  $t$  est l'épaisseur locale de l'échantillon dans la direction de traversée ( $z$ ) des électrons, et  $V_m$  le potentiel moyen interne de l'échantillon, défini par

$$V_m(x, y) t(x, y) = \int_{\text{traj}[z]} V_{in}(x, y, z) dz = \int_0^t V_{in}(x, y, z) dz. \quad (\text{II.18})$$

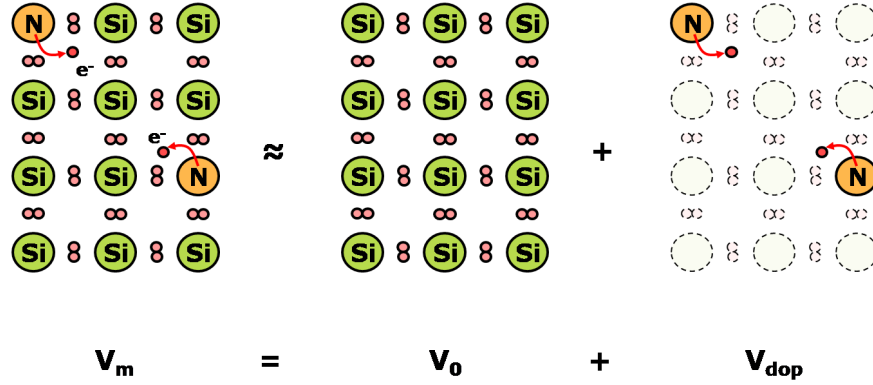
Le potentiel local dans un cristal  $V_{in}$  s'identifie au potentiel coulombien généré par le réseau d'un matériau. Il combine les influences des noyaux atomiques, des électrons de valence, et des électrons de la bande de conduction. Comme illustré dans la figure (II.7) le potentiel moyen intrinsèque  $V_m$  du silicium est augmenté (surplus d'électrons), ou diminué (surplus de trous) en fonction du dopage. La connaissance du profil de dopants permet, en résolvant l'équation de Poisson et les équations de diffusion des porteurs, de calculer les variations du potentiel électrostatique.

Seuls les atomes dopants en sites substitutionnels sont actifs et participent à la formation du potentiel interne.

### II.1.3 Formation de potentiel dans une jonction $p-n$

Le silicium dopé  $p$  possède une concentration  $N_a$  d'accepteurs (bore, gallium) et le silicium dopé  $n$  une concentration  $N_d$  de donneurs (phosphore, arsenic, antimoine). Le transport du courant électrique est assuré par les électrons  $e^-$ , de concentration  $n$ , et les trous  $h^+$  de concentration  $p$  [161, 162, 163, 164]. La physique des semi-conducteurs permet de relier la concentration des dopants aux propriétés électriques de la jonction, en particulier au potentiel interne dans le silicium.

L'holographie permet d'accéder au potentiel moyen interne de l'échantillon, elle n'est donc pas capable de donner directement une information sur la concentration des dopants. Le potentiel complet  $V_m$  perçu par l'onde électronique dans un matériau dopé est la somme de deux potentiels : le potentiel intrinsèque au matériau  $V_0$  et le potentiel  $V_{dop}$  induit par la répartition de dopants (figure (II.8)).



**FIGURE II.8** – Modèle correspondant à la séparation du potentiel moyen interne total du silicium (ici dopé  $n$ ) en un potentiel intrinsèque  $V_0$  et en un potentiel dû au dopage  $V_{dop}$ . Les atomes de silicium (Si) et les dopants  $n$  (N) forment une matrice et sont connectés par des doublets d'électrons. Le dopage introduit des électrons libres  $e^-$  en excès. La matrice dopée peut se représenter en une matrice de silicium intrinsèque, sur laquelle vient se positionner une répartition virtuelle de dopants et de charges.

Le potentiel  $V_{dop}$  est, par définition, nul dans le silicium non dopé. Dans la figure (II.9), nous observons la phase d'une jonction  $p-n$  dans le silicium symétrique préparée en biseau par polissage "tripode". La phase mesurée à épaisseur constante (segment B-C) comporte un niveau constant  $\varphi_{bi} = 29$  rad relié à  $V_0$  et une variation de phase liée aux dopants. Le potentiel de la zone dopée  $n$  est supérieur à celui de la zone dopée  $p$ , comme l'indique le contraste de phase.

En notant  $\varphi_0$  le déphasage induit par le potentiel intrinsèque  $V_0$  et  $\varphi_{dop}$  celui généré par le potentiel  $V_{dop}$ , nous avons d'après l'équation (II.17) :

$$\varphi_0 = C_E \times V_0 \times t_{Si} \quad (\text{II.19})$$

et

$$\boxed{\varphi_{dop} = C_E \times V_{dop} \times t_{Si}} \quad (\text{II.20})$$

En pratique, la séparation entre  $V_0$  et  $V_{dop}$  est effectuée par la connaissance *a priori* de l'échantillon. Par exemple, dans une jonction symétrique, le potentiel moyen est théoriquement à mi-chemin entre le potentiel coté  $p$  et le potentiel coté  $n$ .

$V_{dop}$  est une mesure qui peut être extraite d'un hologramme et qu'il faut relier aux propriétés électriques de la jonction. A température ambiante, une jonction  $p-n$  dans le silicium présente la structure de bande illustrée dans la figure (II.10).

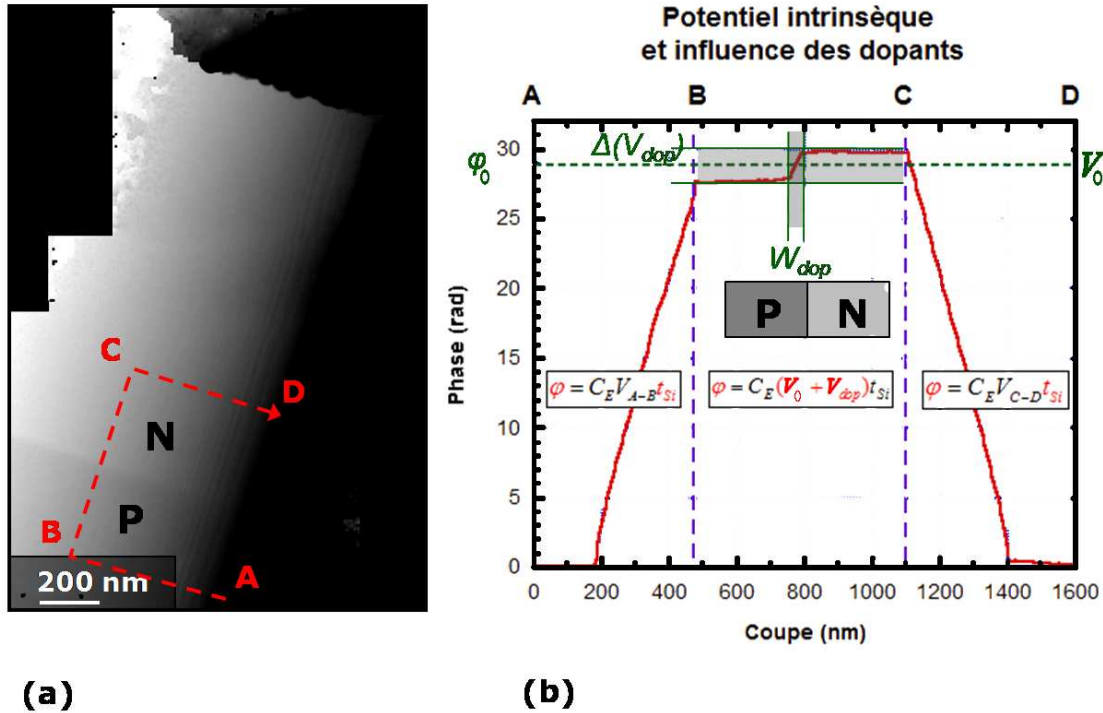
Dans un semi-conducteur à 0°K, les électrons sont situés au niveau de la bande de valence  $E_v$ . Pour  $T > 0^\circ$  l'agitation thermique permet à certains électrons de passer dans la bande de conduction  $E_c$ , les niveaux vacants de la bande de valence constituent des porteurs de type trou ( $h^+$ ) [161]. Les porteurs de charge occupent les niveaux d'énergie selon la loi de répartition de Fermi Dirac [164].

En particulier, le niveau de Fermi du matériau ( $E_f$ ), est défini comme le potentiel chimique des porteurs à 0 K°. Dans le silicium pour une température  $T$ , et en absence de dopants, la valeur du potentiel chimique est nommée niveau de Fermi intrinsèque  $E_{fi}$ . Il s'exprime sous la forme suivante [162] :

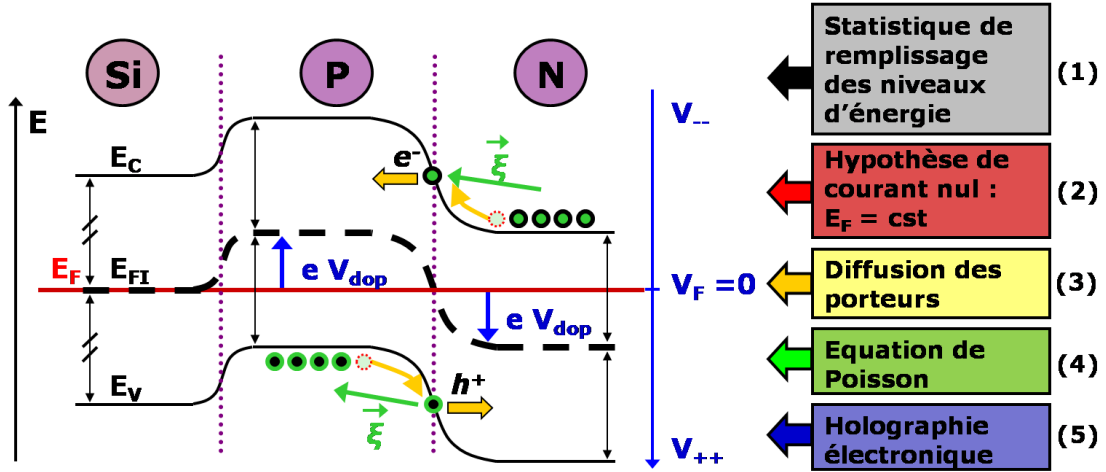
$$E_{fi} = E_f (\text{non dopé}) = \frac{E_c + E_v}{2} - \frac{k_B T}{2} \ln\left(\frac{N_C}{N_V}\right) \simeq \frac{E_c + E_v}{2}.$$

$N_C$  et  $N_V$  sont respectivement la densité d'état de la bande de conduction et de la bande de valence. Dans le silicium, ces valeurs sont proches (voir tableau (II.1)).

Dans le silicium dopé  $n$  (voir figure (II.10)), l'excès d'électrons rapproche le niveau de Fermi de la bande de conduction. Au contraire, dans le silicium dopé  $p$ , le niveau de Fermi se rapproche de la



**FIGURE II.9** – Image de phase redressée (a) d'une jonction  $p$ - $n$  préparée en biseau par "tripode" à grand angle et profil de la phase suivant un parcours A-B-C-D. L'image a été traitée pour que la phase soit nulle dans le vide et pour que la phase soit continue. Suivant les parcours A-B et C-D, la phase augmente en fonction de l'épaisseur. Le segment B-C, à épaisseur constante, montre un saut de phase lié à la différence de potentiel de chaque côté de la jonction. La pente sur le segment A-B prend en compte le potentiel intrinsèque  $V_0$  réduit par le dopage  $p$ , le segment C-D prend en compte le potentiel intrinsèque  $V_0$  augmenté par le dopage  $n$ . En accord avec les conventions prises dans la figure (II.10), le dopage  $n$  apparaît en clair et le dopage  $p$  en sombre. La jonction est centrée sur une valeur de phase correspondant au potentiel moyen interne  $V_0$ . Sur cet échantillon, nous mesurons un potentiel moyen interne intrinsèque de 11,5 V.



**FIGURE II.10** – Schéma explicatif d'une jonction  $p-n$ .

- (1) La concentration de porteurs et la position du niveau de Fermi d'un matériau (silicium intrinsèque, dopé  $n$ , ou dopé  $p$ ) dépendent de la loi de répartition des électrons aux différents niveaux d'énergie du silicium et de la conservation de la charge (informations en noir sur le diagramme).
- (2) Dans l'échantillon représenté, l'absence de courant électrique impose un niveau de Fermi constant (représenté en rouge).
- (3) Les porteurs de charge diffusent naturellement à travers une jonction par mouvement brownien (mouvement indiqué en jaune orangé).
- (4) Les porteurs ne diffusent pas indéfiniment, puisque l'absence des porteurs dans leur région d'origine crée des charges locales et un champ électrique de rappel ( $\xi$ ) (dont l'effet est indiqué en vert sur la figure).
- (5) Plusieurs niveaux d'énergie constituent la structure de bande : la bande de conduction  $E_c$ , la bande de valence  $E_v$ , le niveau de Fermi  $E_f$ , et le niveau de Fermi intrinsèque, équidistant de  $E_c$  et  $E_v$ . L'holographie est sensible au potentiel  $V_{dop}$  entre le niveau de Fermi et le niveau de Fermi intrinsèque (l'énergie correspondant à un électron dans ce potentiel,  $V_{dop} \times e$ , est représenté en bleu sur le diagramme)

bande de valence. Dans une zone isolée, les considérations d'équilibre des charges et de répartition statistique permettent de déterminer les concentrations de porteurs  $n$  et  $p$  et leurs niveaux d'énergie en fonction des propriétés du matériau décrites dans le tableau (II.1).

A l'équilibre thermodynamique, le potentiel chimique est constant et le niveau de Fermi prend une valeur constante dans l'ensemble du matériau [161]. Lorsque deux zones de dopage  $p$  et  $n$  sont juxtaposées, les porteurs diffusent à travers la jonction, formant une zone déplétée de porteur. La présence de cette zone de charge d'espace introduit un champ électrique  $\vec{\xi}$ . Ce champ, orienté de la zone  $n$  vers la zone  $p$ , permet l'alignement des niveaux de Fermi.

Un niveau d'énergie dans le diagramme de bande correspond à l'énergie d'un électron de charge  $e$  dans le champ électrostatique coulombien correspondant. L'énergie se calcule comme le produit de la charge de l'électron et du potentiel, c'est pourquoi l'axe des potentiels et celui des énergies ont des sens opposés ( $e < 0$ ).  $\vec{\xi}$  peut dériver des potentiels liés à  $E_c$ ,  $E_v$ , ou  $E_{fi}$ , selon la référence choisie. En prenant pour référence nulle le niveau de Fermi, nous définissons le potentiel  $V_{fi}$  de Fermi intrinsèque par :

$$V_{fi} = \frac{E_{fi} - E_f}{e}. \quad (\text{II.21})$$

Le niveau de Fermi (la référence) étant constant,  $V_{fi}$  est un champ adapté à la description de  $\vec{\xi}$ . Le champ  $\vec{\xi}$  agit sur toutes les charges en présence : les porteurs de charge du silicium, mais aussi les électrons balistiques d'une onde électronique. Pour un même matériau traversé (dont le déphasage avec le vide est représenté par  $V_0$ ), le saut de phase entre des zones de différent dopage est une conséquence directe de  $\vec{\xi}$ , que l'holographie représente par  $V_{dop}$ .

Comme  $V_{fi}$  et  $V_{dop}$  décrivent le même champ électrostatique  $\vec{\xi}$  et qu'ils ont la même référence ( potentiel nul dans le silicium non dopé, voir figure (II.9) et figure (II.10)) ; les deux potentiels  $V_{dop}$  et  $V_{fi}$  sont identiques :

$$V_{dop} = V_{fi}. \quad (\text{II.22})$$

L'holographie électronique révèle donc les variations du niveau de Fermi intrinsèque induites par le dopage.

La position de la jonction est une information importante pour la micro-électronique. On distingue la position de la jonction chimique, défini par la relation :

$$N_a = N_d \quad (\text{II.23})$$

et dont la position peut être déduite de mesure SIMS, de la position de la jonction électrique, définie par la relation :

$$E_{fi} = E_f. \quad (\text{II.24})$$

La jonction électrique et la jonction chimique sont identiques si la jonction est symétrique. La jonction électrique a été définie pour une jonction aux concentrations abruptes. Pour des cas plus complexes, la jonction électrique sera définie par :

$$\Delta V_{fi} = 0. \quad (\text{II.25})$$

D'après l'équation de Poisson, c'est au niveau de ce point que les porteurs majoritaires changent de type. Dans une jonction abrupte, le point d'inflexion et la position de la jonction électrique sont confondus.

Propriété	Valeur dans le silicium (300°K)	Notation
Energie de bande interdite	1,12 eV	$E_g$
Concentration intrinsèque des électrons	$1,4 \cdot 10^{10} \text{ at cm}^{-3}$	$n_i$
Densité d'états de la bande de conduction	$3,2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$	$N_c$
Densité d'états de la bande de valence	$1,8 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$	$N_v$
Permittivité du silicium	$11,7\epsilon_0 = 1,035 \cdot 10^{-10} \text{ F m}^{-1}$	$\epsilon_{si}$

**TABLE II.1** – Propriétés électroniques du silicium à température ambiante (300°K) [161].

Deux quantités caractérisent une jonction  $p-n$  (illustrées dans la figure (II.9)) : le saut de potentiel entre le côté  $p$  et le côté  $n$

$$\Delta V_{dop} = \frac{k_b T}{|e|} \ln\left(\frac{N_a N_d}{n_i^2}\right) \quad (\text{II.26})$$

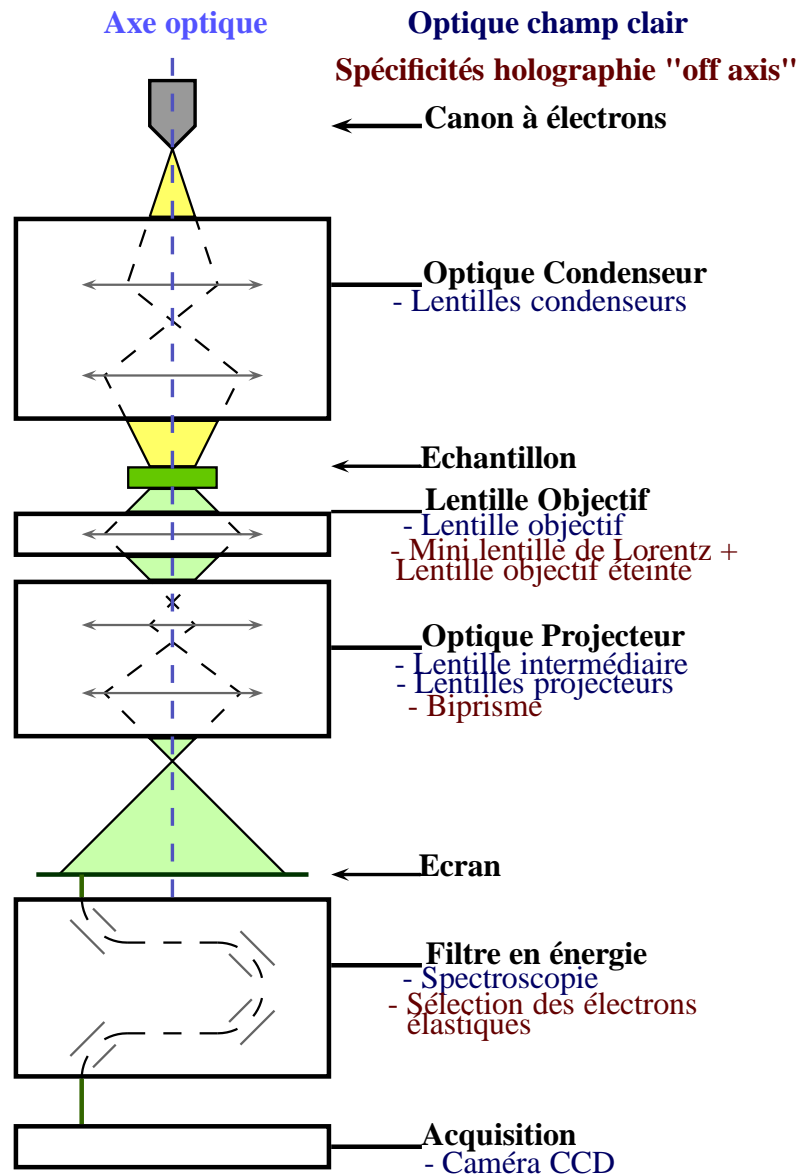


et la largeur de la zone déplétée

$$W_{dop} = \sqrt{2 \frac{\epsilon_{Si}}{|e|} \frac{N_a + N_d}{N_a N_d} \Delta V_{dop}}, \quad (\text{II.27})$$

où  $n_i$  est la concentration intrinsèque de porteurs dans le silicium (voir tableau (II.1)),  $k_b$  la constante de Boltzmann, et  $T$  la température absolue. Les expressions précédentes sont valables pour des jonctions abruptes.

## II.2 L'holographie électronique "off axis" en microscopie électronique en transmission



**FIGURE II.11** – Schéma d'un MET.

Les spécificités optiques sont schématisées dans les différents niveaux. La position de la lentille de Lorentz et le biprisme sont indiqués en rouge. Le microscope est représenté avec le niveau (optionnel) du filtre en énergie, également utilisé en holographie.

Comme l'illustre la figure (II.11), un MET est constitué d'une source d'électrons (le canon à électrons) produisant une source cohérente quasi-ponctuelle, de lentilles magnétiques, et d'un dispositif d'acquisition des électrons. Les électrons dans le canon sont accélérés à une tension  $V$  de l'ordre de 100 kV. Ils récupèrent ainsi une énergie cinétique  $E = |e| \times V$ . Les lentilles sont nommées selon leur rôle : le système condenseur, situé entre le canon et l'échantillon, et le système projecteur, situé entre l'échantillon et le système d'acquisition. La lentille objectif a un rôle particulier : c'est la première lentille à former une image de l'objet. Le système condenseur détermine l'illumination

de l'échantillon (sonde fortement convergente ou parallèle, illumination large etc...). L'optique du système projecteur forme une image avec le grandissement voulu au niveau du dispositif d'acquisition. L'optique projecteur permet également de former des figures de diffraction. L'image finale est enregistrée par une caméra CCD<sup>2</sup> et peut être filtrée en énergie.

Une lentille de Lorentz et un biprisme, indiqués en rouge dans la figure (II.11), sont nécessaires à l'holographie "off-axis". Le biprisme permet de créer les sources virtuelles produisant l'onde objet et l'onde de référence (voir figure (II.1)). Bien que les sources secondaires soient considérées comme ponctuelles, l'holographie n'est pas une technique de sonde et requiert une illumination large et parallèle au niveau de l'objet. La lentille de Lorentz est une lentille à faible champ placée en dessous de la lentille objectif classique. Elle permet un champ de vue de l'ordre du micron. Elle adapte également l'optique du MET aux contraintes du biprisme. En holographie, le filtre en énergie permet d'éliminer les électrons incohérents ne participant pas à la formation de l'hologramme.

Dans le bassin technologique grenoblois, un microscope Titan (série D3082 s-Twin), au LETI, et un microscope Tecnai (série G2 F20 S-TWIN), à STMicroelectronics, sont équipés pour fonctionner dans le mode holographie. Le Titan est un microscope de dernière génération multi-techniques. Le Tecnai est un microscope utilisé, en particulier, pour l'analyse de défaillance par l'équipe des microscopistes de ST.

Nous détaillons dans cette section la manière dont l'holographie est implémentée dans un microscope électronique. Nous analysons l'influence sur la qualité de l'hologramme des différentes parties du MET, et ce, de la source du faisceau jusqu'au dispositif d'acquisition. Nous détaillons également les aménagements apportés sur l'optique du microscope pour l'holographie (biprisme et lentille de Lorentz).

### II.2.1 Influence des propriétés du faisceau électronique sur les performances de l'holographie

L'holographie étant une technique interférométrique, une forte cohérence d'électrons est indispensable. On distingue la cohérence temporelle d'un faisceau de sa cohérence spatiale. La cohérence temporelle est liée à la dispersion en énergie  $\Delta E$  (ou en longueur d'onde  $\Delta\lambda$ ) du faisceau. L'équation (II.1) montre que  $\Delta\lambda$  et  $\Delta E$  sont reliées par

$$\Delta\lambda = \frac{h}{E\sqrt{8m_0E}}\Delta E = \frac{\lambda}{2} \frac{\Delta E}{E}. \quad (\text{II.28})$$

Le "cross-over" d'un canon à électron est le premier point de convergence des électrons extraits de la pointe. Cette source n'étant pas ponctuelle, mais d'une certaine taille, les électrons en provenance de régions différentes de la source introduisent des écarts de phase. La cohérence spatiale représente le degré de cohérence de ces différents électrons. Une source de faible dimension et de faible ouverture angulaire garantit une bonne cohérence [157]. Sur un hologramme, la perte de cohérence se manifeste par l'apparition d'un niveau de fond constant bruité et par une diminution de la visibilité des franges.

Dans un MET, le faisceau d'électrons provient d'un canon à électrons. Deux catégories sont présentes sur le marché. Selon la méthode employée pour extraire les électrons, on distingue : les pointes thermoioniques qui utilisent l'agitation thermique, et les pointes à effet de champ (pointes FEG,

---

2. Coupled Charge Device

Paramètre	Thermoïnique	FEG Froide	FEG Schottky
Principe d'extraction	Agitation thermique [157]	Champ électrostatique et effet tunnel [157]	
Température	$LaB_6$ : $1600^\circ C$ [165, 166] W : $2700^\circ C$ [157]	ambiante	$1500^\circ C$
Niveau de vide	$10^{-8}$ Pa	$< 10^{-9}$ Pa	$10^{-8}$ Pa
Taille du cross-over	$10\ \mu m$ [157]	$< 10\ nm$	$10\ nm$ [157]
$\Delta E$ pour $V = 200\ kV$	$1,5\ eV$ [157]	$0,3\ eV$ [157] $0,1\ eV$ avec monochromateur [167, 168]	

**TABLE II.2** – Comparaison des caractéristiques de trois types de canons à électron. Nous comparons sur un premier niveau les principes d'émission à effet de champ et thermoïnique, puis dans la catégorie des FEGs la pointe CFEG et la pointe "Schottky".

pour Field Emission Gun) qui utilise l'effet tunnel et un champ électrostatique [157]. Les FEGs sont plus indiquées que les pointes thermoïnique pour l'holographie (voir tableau (II.2)), et ce grâce à leur faible dispersion énergétique (cohérence temporelle) et à leur faible taille de source (cohérence spatiale).

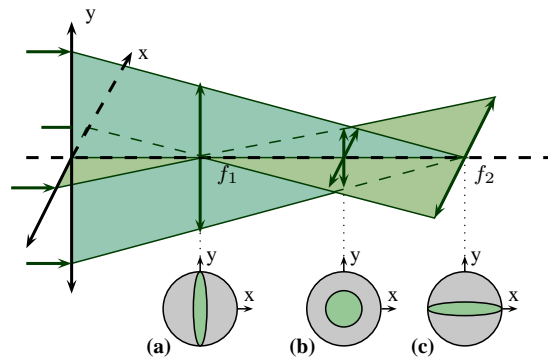
Deux types de FEG sont utilisées Les canons FEG froids<sup>3</sup>, sont utilisés à température ambiante sous ultravide. Le bruit thermique d'une CFEG est donc minimal. La taille de leur "cross-over" est idéale pour la formation de sondes électroniques, mais rédhitoire pour la formation d'une illumination large. Aujourd'hui, les CFEGs ne sont pas adaptées à l'holographie. Les pointes "Schottky" [169, 170] sont constituées d'un cristal de tungstène recouvert d'une couche d'oxyde de zirconium facilitant le passage des électrons. Ces pointes sont plus facile à utiliser que la CFEG. De plus, un vide moins poussé et une meilleure robustesse ont démocratisé l'utilisation des pointes Schottky sur les microscopes actuels, tel que le Titan et le Tecnai sur lesquels nous avons travaillé. Pour une tension d'accélération de 200 kV, avec une pointe "Schottky", nous obtenons une intensité électronique de quelques nA sur une surface de  $1\ \mu m^2$ .

En n'utilisant qu'une partie du faisceau, la cohérence spatiale peut être améliorée au détriment de l'intensité du faisceau<sup>4</sup>. Le compromis n'est pas facile, puisque dans le même temps, la diminution d'intensité s'accompagne d'une diminution du signal. L'intensité du faisceau MET constitue donc un paramètre important à optimiser en holographie.

D'un point de vue optique, la formation d'une image en holographie est similaire à une observation en champ clair : l'échantillon est illuminé par un faisceau large parallèle. L'astigmatisme est une dissymétrie du champ magnétique autour de l'axe optique, qui se manifeste par l'apparition de deux focales différentes selon des axes perpendiculaires (voir figure (II.12)). Des quadripôles placés sur l'axe optique permettent de contrôler cet effet : en holographie, l'astigmatisme condenseur est poussé au maximum pour former un faisceau elliptique. L'utilisation d'un tel faisceau permet un gain de cohérence selon le grand axe de l'ellipse accompagné d'une réduction selon le petit axe (voir figure (II.13)(a,b)).

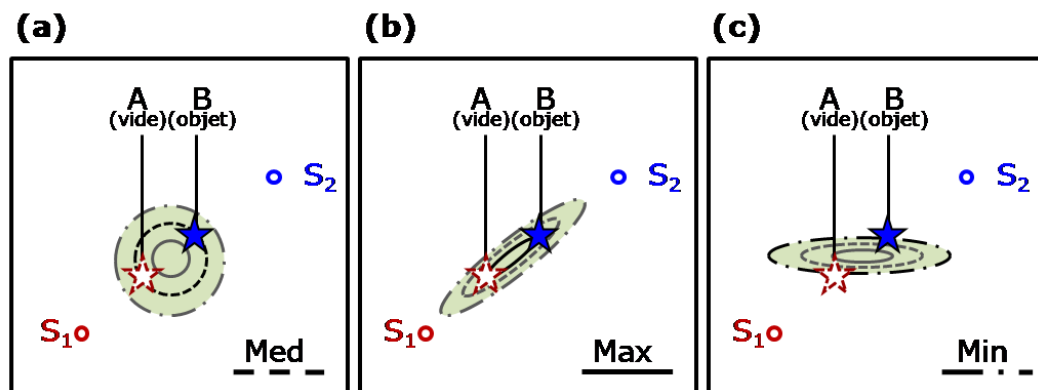
3. Cold FEG ou CFEG

4. Le paramètre du MET associé est un entier appelé "spot size", il varie entre 1(courant maximal) et 9(courant minimal)



**FIGURE II.12** – Forme d'un faisceau astigmatique suivant l'axe optique. Un faisceau parallèle est focalisé au foyer d'une lentille. Les deux axes  $x$  et  $y$  de la lentille ont des focales différentes ( $f_1$  pour  $x$ ,  $f_2$  pour  $y$ ). Les images formées au premier foyer (a), au point de moindre aberration astigmatique (b) et au second foyer (c) sont schématisées.

En orientant le grand axe de l'ellipse selon la direction des sources secondaires ( $S_1$  et  $S_2$ ), nous tirons profit de la cohérence spatiale de l'ellipse pour l'appliquer à l'onde objet et l'onde de référence. Cette modification se manifeste directement par une augmentation de la visibilité des franges d'interférence [171]. L'orientation de l'ellipse est critique : un faible écart d'alignement fait participer le petit axe de l'ellipse aux interférences et diminue la cohérence spatiale au lieu de l'augmenter (figure (II.13)(c)).



**FIGURE II.13** – Cohérence spatiale des électrons et influence sur l'holographie. Lors de la mise en place de l'holographie dans un MET, l'objet, habituellement représenté sous la source secondaire objet (figure (II.1)), est virtuel : l'objet réel est situé en amont et illuminé par un faisceau large et parallèle. Cette illumination est réalisée par étalement du "cross-over" d'un canon. Au niveau de celui-ci, la cohérence spatiale diminue en s'éloignant de l'axe optique. Nous avons représenté cette dégradation par un niveau de cohérence maximale en trait plein (Max, b), un niveau moyen en tirets (Med, a), et minimal (Min, c) en pointillés. Les niveaux de cohérence spatiale sont représentés pour une transformation du "cross-over" en une illumination large circulaire (a), une illumination astigmatique elliptique, dont le grand axe est aligné avec les sources secondaires de l'holographie (b), et une illumination astigmatique elliptique non alignée (c). Dans cette représentation en vue de dessus du schéma de formation de l'hologramme, la projection de l'objet (B) par la source secondaire objet  $S_2$  interfère avec une zone de vide (A) projetée par la source de référence  $S_1$  (les deux points seront confondus au niveau de l'hologramme).

L'échantillon est introduit dans le plan objet de la lentille objectif. L'image associée comporte des imperfections liées au fonctionnement d'une lentille magnétique. Le champ magnétique dans une lentille focalise tous les électrons en provenance d'une source en une zone réduite. L'approximation des lentilles minces est donc valide : les lentilles magnétiques peuvent être décrites par leur position et leur distance focale suivant l'axe optique.

Les lentilles magnétiques engendrent des aberrations chromatiques et sphériques. L'effet de ces aberrations est la formation d'un disque dans le plan image à partir d'un objet ponctuel. Cette réponse impulsionnelle est appelée fonction d'étalement ponctuelle (PSF : Point Spreading Function). En considérant que la PSF est invariante par translation, l'image réelle  $img_{tot}(x, y)$  s'obtient en convoluant la PSF avec l'image idéale  $img_{obj}(x, y)$  ; soit :

$$img_{tot}(x, y) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} img_{obj}(\nu_x, \nu_y) PSF(\nu_x - x, \nu_y - y) d\nu_x d\nu_y.$$

Le concept de PSF est généralisable à toutes les lentilles du MET et à d'autres éléments comme la caméra, l'algorithme de reconstruction par holographie. La PSF résultant de  $n$  phénomènes en série s'obtient par convolution des PSF individuelles ; soit :

$$img_{tot}(x, y) = PSF_1 \otimes PSF_2 \otimes \dots \otimes PSF_n \otimes img_{obj}(x, y). \quad (II.29)$$

Il est possible d'associer un rayon caractéristique  $R_{PSF}$  correspondant la largeur à mi-hauteur de la PSF. Dans le produit de convolution de l'équation (II.29) nous pouvons négliger certaines contributions, par exemple la PSF du critère de Rayleigh (quelques pm) par rapport à la PSF de la reconstruction par holographie (quelques nm).

L'aberration chromatique provient de la dépendance de la distance focale avec l'énergie des électrons.  $R_c$ , le rayon caractéristique de l'aberration sphérique s'exprime sous la forme [157]

$$R_c = C_c \frac{\Delta E}{E} \beta_{MET}$$

où  $\frac{\Delta E}{E}$  est la dispersion relative d'énergie cinétique d'un faisceau et  $\beta_{MET}$  le demi angle d'illumination de la lentille.  $C_c$  est un coefficient de l'ordre du mm, qui dépend de la focale de la lentille.

L'aberration chromatique d'une lentille condenseur est provoquée par la dispersion en énergie du canon à électrons (0,3 V pour un FEG). La lentille objectif et le système projecteur sont situés sous l'échantillon. Ils sont soumis à la dispersion énergétique reflétant les interactions avec le matériau, atteignant 15 à 40 eV [172]. Seuls les électrons de l'onde objet n'ayant pas subi de perte d'énergie sont cohérents avec le faisceau de référence. L'holographie étant une technique interférométrique, seuls les électrons élastiquement diffusés participent à la formation de l'hologramme. Les électrons d'énergies différentes contribuent au bruit de fond de l'image. L'aberration chromatique causée par la dispersion en énergie du canon est inférieure à la résolution spatiale théorique de l'holographie.

L'aberration sphérique provient des imperfections du champ magnétique en fonction de la distance à l'axe optique.  $R_{sph}$ , la largeur caractéristique, est relié au demi angle d'illumination  $\beta_{MET}$  et au coefficient d'aberration sphérique  $C_s$  [157] par

$$R_{sph} = C_s \beta_{MET}^3.$$

En pratique,  $C_s$  est de l'ordre de quelques mm.

Les aberrations sphériques et chromatiques dégradent la résolution ultime du MET, liée à la longueur d'onde des électrons, mais sont plus faibles que la résolution spatiale de l'holographie dans nos expériences. Par contre, elles sont suffisantes pour pouvoir dégrader un hologramme, à la source de l'image de phase. Si  $R_{PSF}$  est le rayon caractéristique de la PSF de la lentille objectif, l'interfrange  $T_{int}$  d'un hologramme doit toujours respecter [173] :

$$T_{int} > 4R_{PSF}.$$

La caméra CCD est le standard actuel d'acquisition numérique d'images en microscopie électronique. Le signal électronique est converti d'abord en photons par une couche scintillatrice, puis en paires électrons-trous par effet photoélectrique. Les pixels de la matrice du détecteur, mesurant  $25 \mu\text{m}$  de côté, sont des puits de potentiels. Ils accumulent les électrons puis convertissent la charge totale en une tension numérisée.

La taille de la matrice détermine le champ de vue et l'échantillonnage de l'image. Des caméras de  $1024 \times 1024$  pixels sont couramment utilisées sur les METs actuels. On trouve également des caméras  $2048 \times 2048$  pixels [154], bien que l'augmentation de l'échantillonnage se fasse au détriment de l'intensité par pixel et donc du signal sur bruit (Signal to Noise Ratio : snr). La réponse du capteur CCD est linéaire avec le nombre d'impacts électroniques. Sa dynamique est importante [154] : l'information est codée sur 14 bits. Les CCDs ont un rapport bruit de sortie sur bruit d'entrée variant de 0,6 à 0,8 pour les meilleurs, ce qui en fait un système fiable de quantification.

### II.2.2 Manifestation d'artefacts induits par l'échantillon

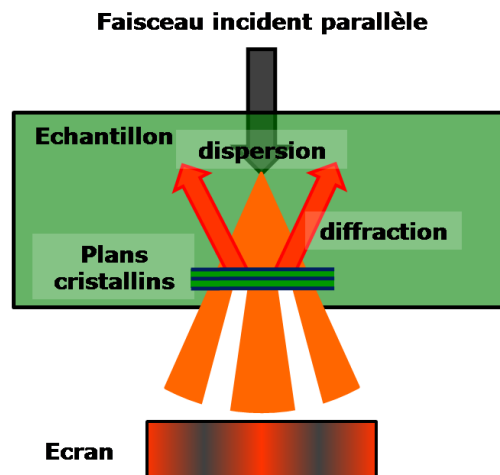
Pour des épaisseurs d'échantillon comprises entre 100 à 600 nm, une partie des électrons effectuent plusieurs collisions élastiques dans le cristal. Ainsi, à partir d'une épaisseur donnée, les directions des électrons élastiques forment un cône de dispersion (voir figure (II.14)). Parmi les directions du cône peuvent se trouver des orientations respectant les conditions de Bragg d'un échantillon cristallin. Sur une image en champ clair<sup>5</sup>, ces diffractions introduisent des zones de défauts d'électrons qui se traduisent par un contraste sombre.

Dans la figure (II.15), l'image en champ clair et l'image de phase d'un même dispositif présentent un contraste de diffraction. Il est alors impossible de distinguer l'effet du contraste de diffraction d'une modification réelle du potentiel dans l'échantillon. Un faisceau parallèle ne permet pas de s'affranchir de la dispersion des électrons, mais limite le contraste diffractif par rapport à un faisceau convergent. La meilleure solution à ce jour est de tourner l'échantillon jusqu'à une direction cristalline diffractant peu ; correspondant à des angles particuliers entre  $2^\circ$  et  $5^\circ$  de la direction principale du cristal [85]. L'échantillon n'étant plus perpendiculaire au faisceau d'électrons, la projection d'une ligne ne sera plus une ligne mais une bande dont la largeur peut avoisiner la résolution spatiale de l'holographie.

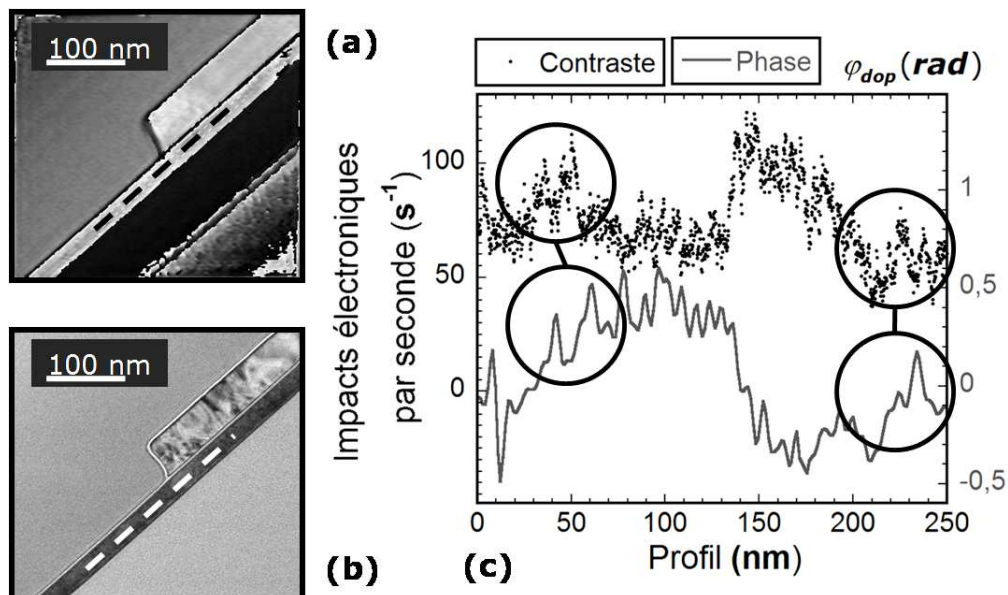
L'interaction entre l'échantillon et l'électron incident détermine s'il y a collision élastique (interaction avec le champ coulombien dû au noyau) ou collision inélastique (interaction avec les électrons de cœur) [174]. Les collisions élastiques provoquent une perte d'énergie négligeable ( $< 1 \text{ eV}$ ) pour les faibles angles de déviations du faisceau [174]. Les pertes d'énergie par collision inélastiques peuvent atteindre plusieurs centaines d'eV [58]. L'aberration chromatique des électrons inélastiquement diffusés ne se manifeste pas en holographie, mais renforce le bruit de fond.

---

5. En MET, une image en champ clair correspond à la projection directe d'un objet dans le plan image. C'est un mode élémentaire d'imagerie, de principe analogue à la microscopie optique.



**FIGURE II.14** – Schéma illustrant la formation de contraste de diffraction dynamique pour les directions de Bragg dans un cristal. Les électrons aux directions de Bragg ont une importante probabilité de diffracter, laissant un contraste sombre



**FIGURE II.15** – Image en champ clair (b) et image de phase (a) d'un transistor de test SOI. Les profils (c) sont pris respectivement sur (a) et (b). Les artefacts liés au contraste de diffraction se transposent sur l'image de phase. Comme mis en évidence par les zones entourées, les pics de contrastes se retrouvent sur le profil de phase.

Le filtre en énergie d'un MET se situe entre le système projecteur et le dispositif d'acquisition. Il est utilisé pour sélectionner les électrons possédant une énergie donnée. Il est donc possible d'écarter les électrons inélastiquement diffusés. En pratique, la fenêtre de sélection n'est pas infiniment fine, mais varie entre 5 et 20 eV.



Les modèles d'interactions de l'électron avec le noyau d'un atome (Modèle de Rutherford [175]) et avec le nuage électronique (modèle de Lenz [172, 176]) permettent de calculer les sections efficaces<sup>6</sup> d'interaction élastique  $\sigma_{el}$  et inélastique  $\sigma_{inel}$ . Le rapport des deux grandeurs est inversement proportionnel au numéro atomique  $Z$  de l'atome considéré et proche de l'unité pour un électron dans le silicium [172]. Les électrons élastiques sont donc aussi nombreux que les électrons inélastiques, mais répartis sur une plage d'énergie beaucoup plus étroite, entre 0 et 1 eV. En pratique, le filtre introduit une proportion négligeable d'électrons inélastiquement diffusés et améliore la visibilité des franges d'un hologramme d'un facteur supérieur à 10.

En résumé, l'instrumentation adaptée à l'holographie "off-axis" et à grand champ comporte : un canon à effet de champ, un biprisme, une lentille de Lorentz, un filtre en énergie, et une caméra CCD. Les aberrations des lentilles magnétiques ne limitent pas la résolution spatiale de l'holographie. Elles se manifestent sur la formation de l'hologramme : les franges doivent rester visibles. L'interfrange doit être adapté au rayon de la PSF du MET. Pour supprimer le contraste de diffraction, l'échantillon est incliné, ce qui introduit des effets 3D qui altèrent la résolution spatiale.

### II.2.3 Implémentation optique de l'holographie en microscopie électronique

Dans un MET, les positions des lentilles magnétiques sont fixes et les distances focales sont variables et fixées par le courant des lentilles. Les différentes lentilles d'un MET sont regroupées selon leur rôle, comme illustré par la figure (II.11).

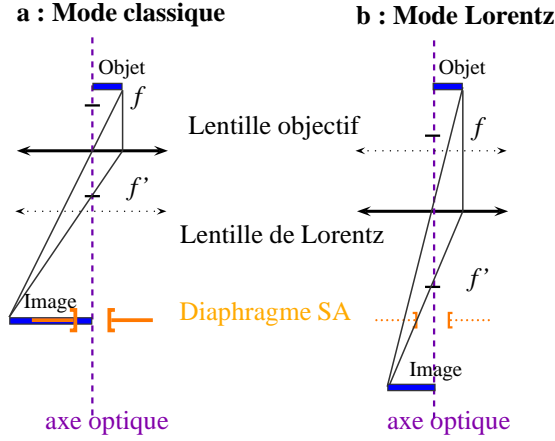
- Le système condenseur détermine la taille et l'angle du faisceau d'illumination de l'échantillon (sonde, illumination large etc. ...). En première approximation, nous pouvons considérer que les lentilles condenseur utilisent le "cross-over" du canon à électron comme objet optique. Le système condenseur est formé des lentilles magnétiques et des divers diaphragmes permettant de sélectionner une partie du faisceau.
- La lentille objectif forme la première image intermédiaire de l'objet. C'est à ce niveau que se règle la mise au point de l'objet : la formation de l'image intermédiaire doit se faire dans le plan objet du système projecteur.
- Les lentilles du système projecteur permettent de régler le grandissement final de l'image, pour l'adapter à l'échantillonnage de la caméra CCD.

Afin d'obtenir une image intermédiaire avec un fort grandissement, une lentille de faible distance focale doit être utilisée proche de l'échantillon (figure (II.16)(a)). Le champ magnétiques d'une lentille objectif standard influence les échantillons magnétiques observés par holographie [160].

En holographie, historiquement pour favoriser l'observation d'échantillons magnétiques, une lentille de Lorentz, à faible champ<sup>7</sup>, est utilisée. En plus de sa faible influence, elle se situe en dessous de la lentille objectif principale, donc plus loin de l'échantillon. Dans la figure (II.16), l'imagerie en champ clair standard (a) et l'imagerie en mode Lorentz (b) sont comparées. Le décalage du plan image force à utiliser une organisation particulière des lentilles projecteurs.

6. la probabilité d'une interaction (élastique pas exemple) entre un électron et l'échantillon peut s'exprimer par le rapport entre une surface fictive  $\sigma$  et la surface complète d'illumination.  $\sigma$  est la section efficace d'interaction et s'exprime habituellement en Barn ( $1 \text{ b} = 10^{-28} \text{ m}^2$ ).

7. La première image intermédiaire formée par la lentille objectif de Lorentz est autour de 50 fois moins agrandie qu'une image classique [177]. En contrepartie du faible grandissement, le champ de vue est augmenté jusqu'à des tailles de l'ordre de  $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ .



**FIGURE II.16** – Configuration du système objectif en microscopie en champ clair (a) et en microscopie de Lorentz (b). Dans le cas de la microscopie en champ clair, l'image de l'objet se forme dans le plan de sélection d'ouverture (plan SA). L'emploi d'un diaphragme dans le plan image, habituellement utilisé en diffraction, est équivalente à délimiter une zone réduite sur l'échantillon. La lentille de Lorentz se situe en dessous de la lentille objectif principale. Son champ magnétique est également moins puissant. L'ancien plan SA se situe entre le point focal de la lentille de Lorentz et le nouveau plan image. En holographie "off-axis", le biprisme est inséré à cette position, profitant de la présence d'une ouverture préalable dans le MET.

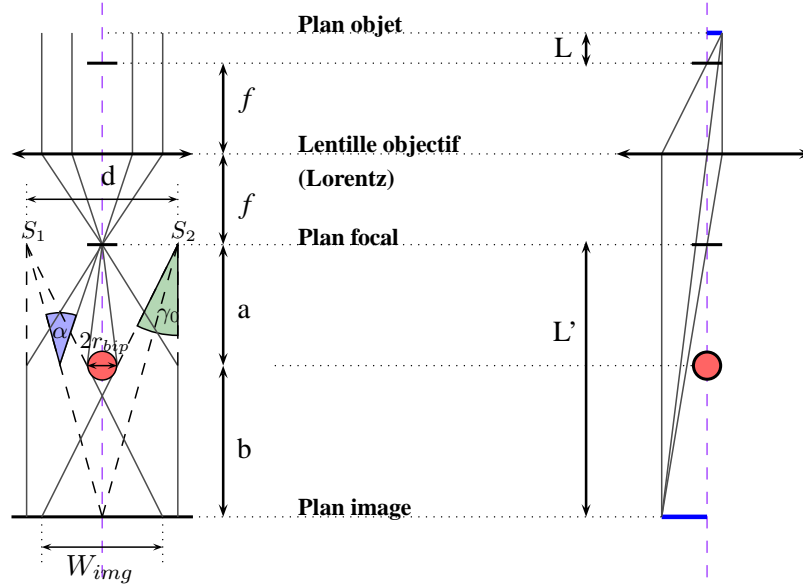
Dans un MET, la formation des sources secondaires est assurée par un biprisme : c'est un dispositif qui dévie un faisceau électronique vers l'axe optique tout en conservant les propriétés optiques de l'image. Il se présente sous la forme d'un fil de quartz recouvert d'une couche d'un métal [156], perpendiculaire au faisceau. Les électrons sont déviés par le champ électrostatique créé par le biprisme porté à un potentiel  $V_{bip}$  (positif en holographie électronique "off-axis"). La valeur absolue de l'angle de déviation ( $\alpha$ ) ne varie pas avec l'écart à l'axe optique [178, 179], mais les demis-faisceaux de chaque côté du biprisme sont déviés l'un vers l'autre, ce qui crée les interférences (voir figure (II.17)). L'angle de déviation du biprisme s'exprime, dans sa version relativiste, en fonction de la tension d'accélération  $V$ , et du potentiel du biprisme  $V_{bip}$  :

$$\alpha = \alpha_0 \frac{V_{bip}}{V} \frac{E_0 + |e|V}{2E_0 + |e|V} = \Gamma \times V_{bip}, \quad (\text{II.30})$$

où  $\alpha_0$  est une constante angulaire dépendante de la géométrie du biprisme,  $E_0$  l'énergie de l'électron au repos, et  $e$  sa charge. Pour une explication détaillée, consulter [180]. Nous retiendrons de cette relation qu'à tension d'accélération du MET fixée, l'angle de déviation des faisceaux est proportionnel au potentiel du biprisme.

Le biprisme est placé en dessous du plan focal image de la lentille objectif, pour que les sources secondaires puissent s'y former. Il est également placé au dessus du plan image de la lentille objectif, où doivent se former à la fois l'hologramme et la première image de l'objet (voir figure (II.17)). L'utilisation d'une lentille de Lorentz comme lentille objectif est donc adaptée à l'holographie : la première image se forme en dessous de l'ouverture SA (voir figure (II.16)), qui peut servir à accueillir le biprisme sans avoir à pratiquer une nouvelle ouverture [173, 60, 160].

Comme illustré dans la figure (II.17)(b), dans un MET, l'objet placé sous la source secondaire objet est virtuel : l'objet réel est placé au dessus de la lentille objectif. Néanmoins, si on considère un



**FIGURE II.17** – Schéma optique du biprisme utilisé pour l'holographie off-axis. Sa position est déterminée par  $a$  et  $b$ , respectivement la distance du biprisme au plan focal et la distances du plan image au biprisme. L'angle  $\gamma_0$  est l'angle de demi illumination de la figure d'interférences et correspond à l'angle de déviation  $\alpha$  avec écrantage du biprisme, de rayon  $r_{bip}$ . La largeur  $W$  de l'hologramme est limitée par le rayon du biprisme.

objet situé en entier d'un côté du biprisme, le demi-faisceau en provenant est focalisé par la lentille objectif en une seule source secondaire dans le plan focale objet. De même, un faisceau dans le vide est focalisé dans la source de référence.

Selon les conventions de la figure (II.17), en travaillant proche de l'axe optique avec des angles faibles, nous retrouvons géométriquement l'expression de  $W_{img}$ , la largeur de l'hologramme au niveau de l'image [173]

$$W_{img} = 2\alpha b - r_{bip} \frac{(a+b)}{a}. \quad (\text{II.31})$$

Selon les cas, le champ de vue de l'holographie est limité par  $W_{img}$  ou le champ de la lentille objectif. En particulier, la largeur de l'hologramme n'intervient que dans la direction perpendiculaire au biprisme. La longueur de l'hologramme est liée à la longueur du biprisme (quelques mm), qui n'est pas le facteur limitant.

En reprenant les conventions de la figure (II.1) et de la figure (II.17)<sup>8</sup>, la différence de vecteur d'onde entre les deux sources virtuelles,  $\vec{q}$ , s'exprime

$$\vec{q} = q(\vec{n}_2 - \vec{n}_1) = \frac{2\pi}{\lambda} \frac{\alpha a}{(a+b)}. \quad (\text{II.32})$$

8.  $\lambda$  est la longueur d'onde,  $a$  et  $b$  sont les distances respective du biprisme au plan focal et au plan image,  $\alpha$  est l'angle de déviation des électrons

L'interfrange est donc égal à (équation (II.8))

$$T_{img} = \frac{\lambda(a+b)}{\alpha a}. \quad (\text{II.33})$$

Nous avons pour l'instant décrit l'hologramme par rapport au plan image où il se forme. Les valeurs de  $W_{img}$  et  $T_{img}$  sont importantes, en effet, le MET doit pouvoir former l'hologramme en prenant en compte la PSF de la lentille objectif. Selon [173] :

$$T_{img} > 4R_{PSF_{objectif}}$$

Néanmoins,  $W_{img}$  et  $T_{img}$  ne reflètent pas le champ de vue et la résolution de l'holographie, puisqu'ils doivent d'abord être rapportés au plan objet avec le grandissement de la lentille objectif. Selon les conventions de la figure (II.17) (où  $f$  est la distance focale de la lentille objectif de Lorentz), le grandissement est

$$M = \frac{img}{obj} = \frac{f}{L} = \frac{L'}{f} = \frac{(a+b)}{f}.$$

L'interfrange rapporté à l'objet est donc :

$$T_{obj} = \frac{\lambda f}{2\alpha a} = \frac{\lambda f}{2 a \Gamma V_{bip}} \quad (\text{II.34})$$

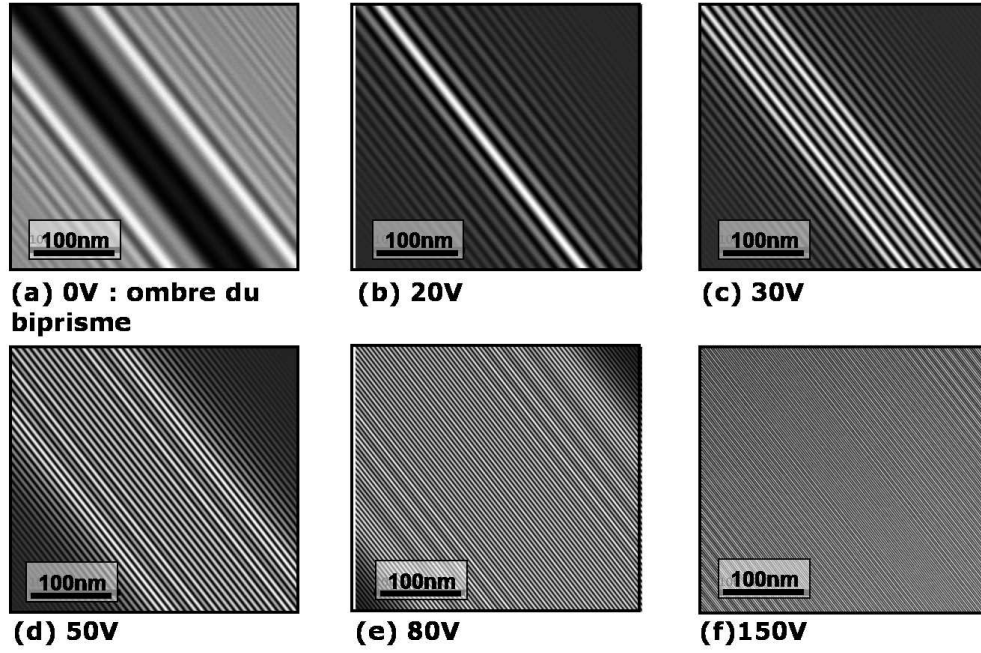
et la largeur de l'hologramme s'exprime :

$$W_{obj} = \frac{2\alpha b f}{(a+b)} - \frac{2r_{bip}f}{a} = \frac{2\Gamma V_{bip} b f}{(a+b)} - \frac{2r_{bip}f}{a}. \quad (\text{II.35})$$

Les paramètres  $a$  et  $b$  peuvent être considérés comme des constantes du MET [171], qui sont optimisés pour former le meilleur hologramme possible rapporté au plan objet [173] ( $W_{obj}$  maximal,  $T_{obj}$  minimal). Le rayon du biprisme  $r_{bip}$  est un facteur limitant, il doit être aussi faible que possible pour ne pas réduire le champ de vue. Le fil doit à la fois être fin et garder une tenue mécanique suffisante [154]. Le rayon d'un biprisme est de l'ordre de  $0,5 \mu m$ .

Augmenter le potentiel du biprisme présente le double avantage de réduire l'interfrange, donc la résolution de la technique, et d'augmenter la largeur de l'hologramme et de permettre une imagerie sur un plus grand champ de vue. Malheureusement, en écartant les sources secondaires, les faisceaux perdent en cohérence spatiale et la visibilité des franges est réduite. Comme illustré dans la figure (II.18), à 150 V sur le Titan, l'interfrange vaut 1,8 nm, ce qui correspond à une résolution holographique de 5,4 nm.

Le biprisme est un objet de petite dimension dont la diffraction est significative. Ainsi, il se crée en plus de la figure des interférences des franges parasites correspondant à une diffraction de Fresnel (voir figure (II.18)). Les franges apparaissent sur les bords de l'hologramme, il est possible de les éviter dans la zone centrale. De plus, les franges de Fresnel apparaissent également sur l'hologramme dans le vide. Leur contribution sur la phase est comprise dans la phase de distorsion  $\psi$  et soustraite à l'hologramme objet, limitant leur influence.



**FIGURE II.18** – Figures d'interférences avec potentiel de biprisme croissant : de 0 V jusqu'à 150 V. Un biprisme à la masse provoque des franges de Fresnel issues de la diffraction et qui constituent une "ombre" (a). Augmenter le potentiel permet de faire apparaître d'abord une frange unique (b), puis un hologramme. La largeur d'hologramme augmente avec le potentiel du biprisme et l'interfrange diminue dans le même temps. A 150 V, la largeur de l'hologramme dépasse le champ de la caméra.

## II.3 Résolution spatiale et bruit en holographie électronique

En holographie, la qualité d'une image est défini par : la résolution spatiale, le champ de vue, la présence et l'importance des artefacts, et le rapport signal à bruit de l'image de phase. Le bruit attendu en holographie est décrit par [181]. Des expériences sur le Titan ont vérifié ce modèle. En effet, la possibilité de temps d'acquisitions importants (4 min), avec des valeurs de potentiel de biprisme entre 90 V à 210 V permet une analyse sur un large domaine de paramètres.

### II.3.1 Analyse statistique du bruit en holographie

L'image de phase et d'amplitude d'un hologramme proviennent d'une même image complexe  $S_{algo}(\vec{r})$  par

$$\varphi(\vec{r}) = \arg(S_{algo}(\vec{r})) \quad (\text{II.36})$$

et

$$A(\vec{r}) = |S_{algo}(\vec{r})|. \quad (\text{II.37})$$

Nous considérons le rapport signal à bruit de phase ( $snr_\varphi$ ) d'un hologramme pris dans le vide, afin de refléter les paramètres du MET sans introduire de paramètres dus à l'échantillon. Deux hologrammes (image et distorsion) sont acquis à quelques secondes d'intervalle. Le bruit est étudié sur la différence entre la phase objet et la phase de distorsion. Le rapport signal à bruit de phase  $snr_\varphi$  est défini par le rapport entre l'écart type  $\sigma_\varphi$  de phase sur une surface de référence de la caméra CCD (200 pxl  $\times$  200 pxl) et la valeur de la phase  $\varphi_0$  dans le vide :

$$snr_\varphi = \frac{\varphi_0}{\sigma_\varphi}. \quad (\text{II.38})$$

L'étude du rapport signal à bruit  $snr_\varphi$  peut induire en erreur : la quantification du bruit sur une image dans le vide, où la phase est nulle, implique un signal à bruit artificiellement nul. nous étudions donc directement  $\sigma_\varphi$ , qui se ramène facilement à  $snr_\varphi$  par l'équation (II.38). En cas de besoin, nous utiliserons la convention d'une phase non nulle  $\varphi_0 = \pi$  dans le vide.

Le bruit en holographie a été largement étudié [181, 182, 183, 184]. La visibilité des franges  $\mu$ , le nombre d'impacts électroniques  $N$ , l'écart type de phase  $\sigma_\varphi$ , le rapport signal à bruit  $snr_\varphi$  et la phase caractéristique  $\varphi_0$  sont théoriquement reliés par

$$\frac{1}{\sigma_\varphi} = \frac{snr_\varphi}{\varphi_0} = \frac{\mu\sqrt{N}}{\sqrt{2}}. \quad (\text{II.39})$$

Le nombre d'impacts d'électrons  $N$  étant lui même proportionnel à l'intensité  $I_{tot}$  du faisceau et au temps d'acquisition  $t_{acq}$ , nous déduisons

$$\frac{1}{\sigma_\varphi} \propto \mu\sqrt{t_{acq}I_{tot}}. \quad (\text{II.40})$$

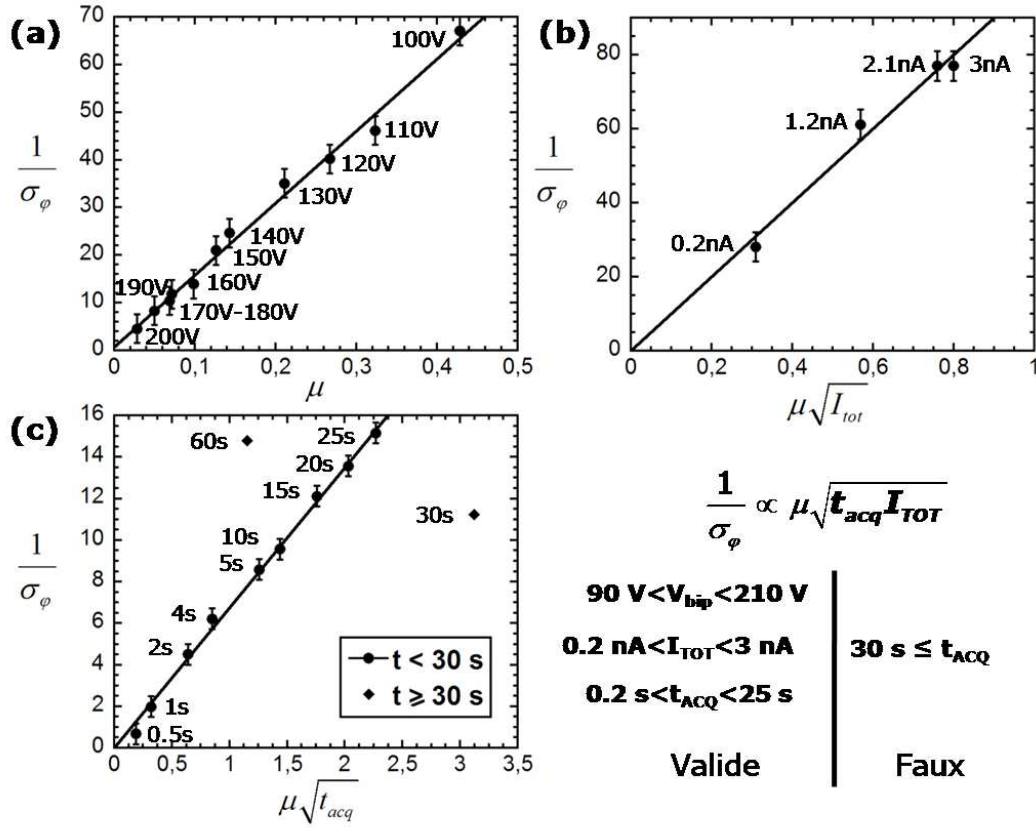
Pour un potentiel de biprisme variant entre 90 et 200 V, des temps d'acquisition atteignant 4 min, et des intensités de faisceau entre 0,2 et 3 nA<sup>9</sup>, nous avons pu critiquer l'équation (II.40), comme exposé dans la figure (II.19).

Pour un nombre d'impacts fixé, en faisant varier le potentiel du biprisme, nous vérifions que le facteur de bruit  $\frac{\varphi_0}{snr_\varphi}$  est inversement proportionnel à la visibilité  $\mu$  des franges. Cette tendance rigoureuse est empiriquement vraie pour un nombre d'impacts variable. Dans la pratique, un hologramme où  $\mu > 25\%$  est considéré d'excellente qualité, et la visibilité ne devrait pas descendre en dessous de 10% pour que l'hologramme soit exploitable. Précédemment, nous avons mis en évidence qu'une perte de cohérence spatiale ou temporelle entre les sources secondaires provoquait une baisse de visibilité, nous pouvons désormais assurer que ces même phénomènes dégradent le bruit de phase.

En fonction du temps d'acquisition, l'équation (II.40) est valide jusqu'à une valeur limite. Au delà de cette valeur, de 25 s lors de l'expérience de la figure (II.19), la tendance devient imprévisible. Ce paradoxe met en évidence les limites du modèle statistique [182]. L'acquisition de tous les électrons est considérée comme une suite d'événements statistiques (l'impact de chaque électron) suivant une loi binomiale. La dérive du biprisme et les vibrations mécaniques de l'appareil ne sont pas prises en compte par ce modèle.

---

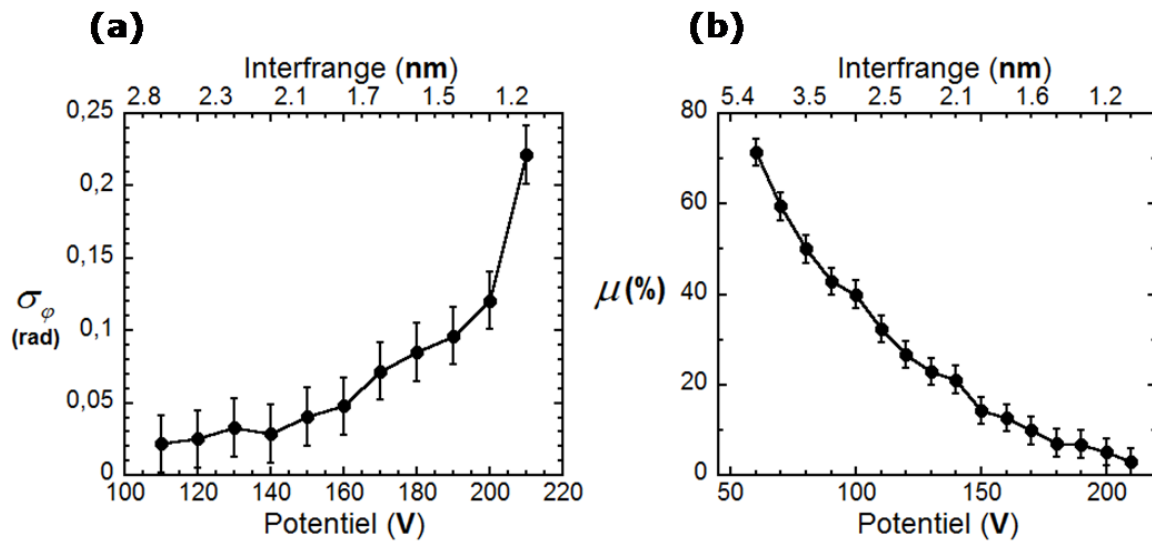
9. La variation d'intensité est obtenue en utilisant des "spot size" de 3, 4, 5 et 6, avec la même surface d'illumination.



**FIGURE II.19** — Vérification de l'équation (II.40) pour différentes séries d'acquisition. (a) : temps d'exposition de 15 s et une intensité de 3 nA, potentiel du biprisme variable entre 90 V à 210 V. (b) : temps d'exposition de 15 s et potentiel de biprisme de 100 V, intensité variable entre 0,2 nA et 3 nA. (c) : intensité de 3 nA et potentiel de biprisme de 100 V, temps d'acquisition entre 0,2 s et 60 s. Des temps d'acquisition entre 1 min et 4 min ont été analysés, mais ne sont pas représentés pour des raisons de clarté du graphique. Leur comportement est analogue aux acquisitions de 30 s et 60 s : ils sortent du domaine de validité de l'approche statistique.

### II.3.2 Influence du potentiel du biprisme

Le potentiel du biprisme est inversement proportionnel à l'interfrange, donc à la résolution spatiale de l'holographie (équation (II.34)). Malheureusement, l'augmentation du potentiel dégrade l'hologramme : avec un fort potentiel, les sources virtuelles sont plus écartées l'une de l'autre, les interférences mettent en jeu des électrons ayant une différence de marche plus grande et leur cohérence est dégradée. Cet effet est illustré par la figure (II.20), où sont représentés le contraste et le facteur de bruit de la phase en fonction du potentiel du biprisme. Le choix du potentiel du biprisme comporte un compromis capital entre résolution spatiale et niveau de bruit. La nature de l'échantillon introduit des considérations supplémentaires. Quel que soit le potentiel, la visibilité des franges devra toujours être supérieure à 10% (critère empirique). Il ne faut pas perdre de vue que la visibilité trouvée pour un potentiel donné est encore variable selon le nombre d'impacts des électrons.



**FIGURE II.20** — Evolution du facteur de bruit (a) et de la visibilité des franges (b) en fonction du potentiel du biprisme. L'intensité du faisceau vaut 3 nA, l'acquisition dure 15 s. Données acquises sur le Titan, à vide et correspondant avec la figure (II.19)(a).

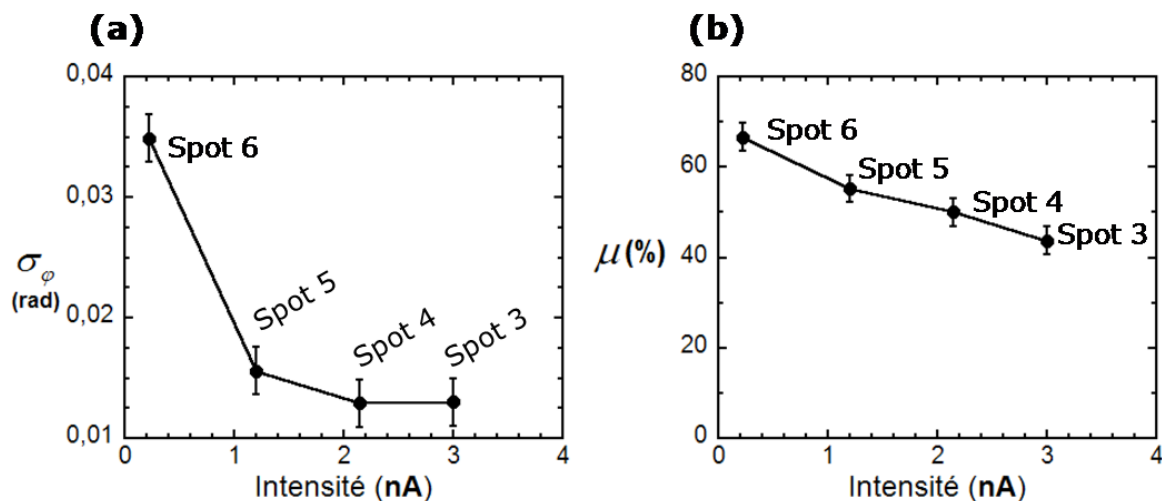
### II.3.3 Influence de l'intensité du faisceau

Pour augmenter le nombre d'impacts électroniques, nous pouvons soit augmenter le temps d'acquisition soit augmenter l'intensité du faisceau. Nous avons réalisé des observations à intensité variable, avec une surface d'illumination constante. Ainsi l'évolution de l'intensité du faisceau est proportionnelle au flux d'électrons. Comme montré par la figure (II.21), l'augmentation d'intensité du faisceau permet d'améliorer le facteur de bruit. Récupérer plus d'électrons du faisceau primaire diminue le bruit grâce à une statistique d'accumulation, bien que la baisse de cohérence des électrons dégrade le contraste. L'augmentation d'intensité est un cas particulier où la visibilité des franges ne reflète pas l'évolution du bruit.

A forte intensité, il est légitime de s'interroger sur les dégâts d'irradiation de l'échantillon. D'après [174], le faisceau peut provoquer la formation de défauts ponctuels dans un cristal (silicium : à partir de 100 keV), de la pulvérisation surfacique (silicium : à partir de 50 keV), un échauffement (négligeable pour les métaux et semi-conducteurs), des effets de charge, et assister la contamination hydrocarbonée. Un vide poussé ( $10^{-7}$  Pa) et un nettoyage par plasma de l'échantillon suffisent à protéger de la contamination un échantillon de silicium. A température ambiante, pour une dose réduite, à 200 keV, les défauts ponctuels se recombinaient et ne forment pas de défauts étendus. La formation de défauts ponctuels et la pulvérisation dans le silicium deviennent critiques pour un courant surfacique de l'ordre de  $10^9$  A m $^{-2}$  qui n'est atteint que pour des faisceaux très focalisés (sondes). La dose et le temps d'exposition sont déterminants pour l'endommagement.

En holographie, les fortes intensités ne dépassent pas 10 nA. Les doses et les énergies introduites n'introduisent qu'une charge dans l'échantillon. Les effets de charges peuvent nuire à la reproductibilité des mesures, par exemple dans des matériaux tels que le GaAs [185], ou dans le silicium, à partir de 3 nA [75]. Nous travaillons donc à l'intensité la plus élevée permettant une mesure reproductible.





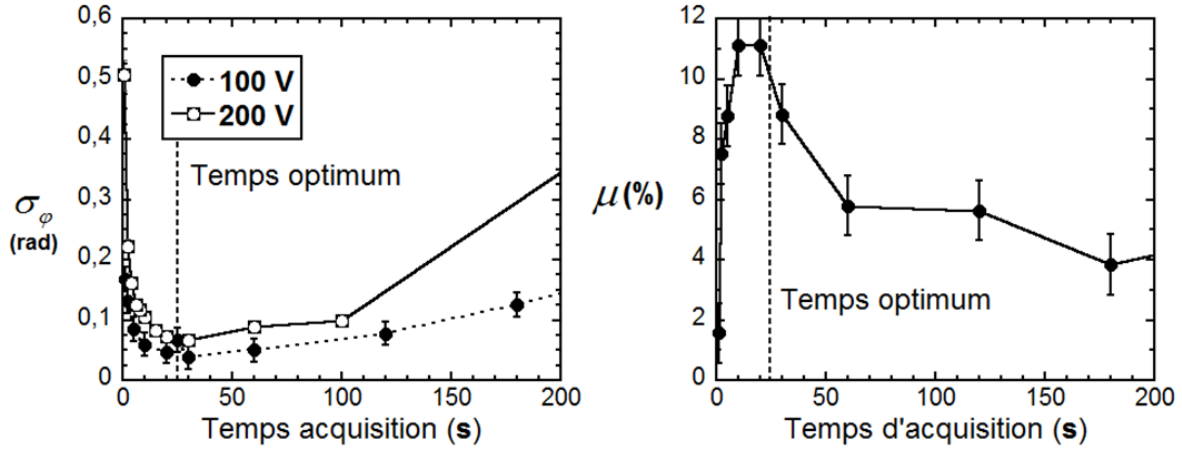
**FIGURE II.21** – Evolution du facteur de bruit de phase (a) et de la visibilité des franges (b) en fonction de l'intensité du faisceau. L'acquisition dure 15 s, pour un potentiel de biprisme de 100 V. Données acquises sur le Titan à vide et correspondant avec la figure (II.19)(b).

### II.3.4 Influence du temps d'acquisition

Pour augmenter le nombre d'impacts électroniques, il est également possible d'augmenter le temps d'acquisition. Le domaine de validité du temps d'acquisition, pour lequel les effets de vibration et de dérive du biprisme sont négligés, a été mis en évidence dans la figure (II.19).

La durée d'acquisition limite se retrouve dans la figure (II.22) : deux phénomènes sont en compétition pour déterminer le bruit de phase. D'une part l'accumulation statistique des électrons, qui réduit le bruit, et d'autre part, au delà d'un certain temps, les vibrations et la dérive du biprisme. Cet effet a un impact à la fois sur le facteur de bruit et le contraste des franges. Bien qu'empirique, c'est alors un indicateur fiable du niveau de bruit.

Le niveau de bruit et le contraste atteignent une valeur extrême pour un temps optimum indépendant de la tension du biprisme. Cette valeur permet l'acquisition d'hologrammes de qualité optimale avec une résolution minimale. Cet optimum est obtenu pour un temps d'acquisition de 25 s dans la figure (II.22). La stabilité mécanique d'un MET est donc un critère crucial pour l'holographie. La vibration et la dérive du biprisme sont les premiers critères limitant de la technique. L'entretien du biprisme limite leur influence. Il est également judicieux, lorsque c'est possible, d'orienter le biprisme en butée de rotation. Cet aménagement peut permettre des acquisitions jusqu'à deux fois plus longues sans dégrader le niveau de bruit.



**FIGURE II.22** – Evolution du facteur de bruit (a) et de la visibilité des franges (b) avec le temps d'acquisition. Dans (a), les valeurs représentées correspondent à 3 nA pour un potentiel de biprisme de 100 V et 200 V. Seules les valeurs de visibilité correspondant à 100 V sont représentées pour des raisons d'échelle et de lisibilité du graphique.

Données acquises sur le Titan à vide et correspondant avec la figure (II.19)(c).

## II.4 Conclusion : holographie électronique "off axis"

En absence de champ magnétique et en absence de champ électrostatique dans le vide, la phase d'une onde  $\varphi(x, y)$  est reliée au potentiel moyen interne d'un matériau  $V_m$  et à son épaisseur  $t$  par la relation (équation (II.17)) :

$$\varphi(x, y) = C_E V_m(x, y) t(x, y).$$

Le potentiel moyen interne  $V_m$  est constitué par la somme d'un potentiel constant  $V_0$  et d'un potentiel induit par une répartition de dopants  $V_{dop}$ . Si  $E_f$  et  $E_{fi}$  sont respectivement les niveaux de Fermi et de Fermi intrinsèque dans le silicium, un saut de potentiel  $\varphi_{dop}$  est associé à  $V_{dop}$  :

$$\varphi_{dop}(x, y) = C_E V_{dop}(x, y) t(x, y) = C_E t(x, y) \frac{E_{fi} - E_f}{e}.$$

L'extraction de la phase à partir d'un hologramme consiste à appliquer un filtre et un décalage sur la transformée de Fourier de l'hologramme. La taille de ce filtre impose une résolution spatiale  $\delta_{holographie}$  proportionnelle à l'interfrange de l'hologramme  $T$ . Dans un MET, l'interfrange rapportée à l'objet ( $T_{obj}$ ) est déterminé par le potentiel du biprisme  $V_{bip}$  :

$$\delta_{holographie} = 3 \times T_{obj} \propto \frac{1}{V_{bip}}.$$

Le potentiel du biprisme détermine aussi le champ de vue de l'holographie :

$$W_{holographie} \propto V_{bip}.$$

Sur le Titan du LETI, une tension d'accélération de 200 kV et un potentiel  $V_{bip}$  de l'ordre de 100 V permettent une résolution holographique de quelques nm, et à un champ de vue de l'ordre de 0,5  $\mu\text{m}$ .

Au niveau instrumental, la résolution théorique de l'holographie dépasse largement la PSF complète d'un MET et constitue la limite principale de résolution. Seul la dégénérescence due à la rotation de l'échantillon, nécessaire pour supprimer le contraste de diffraction, avoisine parfois la résolution holographique.

Cependant, le bruit de phase est lié à la cohérence spatiale et temporelle du faisceau électronique. A ce niveau, un canon à électron à effet de champ, un filtre en énergie, et un faisceau elliptique large garantissent des conditions optimales pour l'holographie. Sur le Titan du LETI, une sensibilité de 0,1 V est généralement obtenue.

Nous avons montré qu'il était pertinent de relier le bruit de phase  $\sigma_\varphi$  à la visibilité des franges de l'échantillon  $\mu$ . En effet, dans la plupart des cas :

$$\frac{1}{\sigma_\varphi} \propto \mu.$$

De plus, le contraste est une grandeur accessible rapidement et sans ambiguïté sur chaque hologramme de distorsion d'un objet. En pratique, une visibilité dans le vide de 10% constitue la limite inférieure souhaitable pour obtenir des hologrammes exploitables. Une visibilité de 25% indique un hologramme d'excellente qualité.

Grâce à une étude systématique, nous avons élaboré la marche à suivre pour déterminer les paramètres d'acquisition d'un hologramme. Le potentiel du biprisme détermine la résolution spatiale et le champ de vue d'un hologramme. Afin de compenser le bruit introduit par son augmentation, nous utilisons une intensité aussi haute que possible ne dégradant pas la reproductibilité de la technique (habituellement 3 nA) et le temps d'acquisition le plus élevé pour lequel les vibrations du MET et la dérive du biprisme ne sont pas rédhibitoires (ce paramètre fluctue selon les équipements et les expériences, entre 20 s et 1 min). Une visibilité de 11% a été obtenue pour un potentiel de biprisme de 200 V (correspondant à une résolution de 4 nm), un temps d'acquisition de 25 s, et une intensité de 3 nA.

Si vous lisez ce document d'une traite, cela fait plus de deux heures que vous travaillez. Pour votre santé, faites une pause.

*Thésard futé.*

## Chapitre III

# Préparation d'échantillons et holographie électronique

### III.1 Préparation d'échantillon

L'observation d'un échantillon en holographie impose des contraintes importantes : une configuration bidimensionnelle, la proximité d'une zone de vide permettant le passage de l'onde de référence, et une épaisseur maîtrisée. De plus, l'épaisseur idéale d'un échantillon respecte un compromis entre la transparence aux électrons et l'augmentation de la phase avec l'épaisseur : une valeur entre 200 nm et 700 nm est indiquée. La préparation doit également contenir la zone d'intérêt, ce qui représente une difficulté supplémentaire pour l'analyse d'un dispositif nanométrique.

Nous détaillons ici deux techniques de préparation d'échantillon que nous avons utilisées : la préparation "tripode"<sup>1</sup> et la préparation par FIB. La technique de préparation "tripode" consiste à former, par abrasion mécano-chimique, un biseau suffisamment fin pour être transparent aux électrons. C'est une technique délicate à mettre en œuvre, peu reproductible et permettant difficilement de localiser précisément un dispositif [186, 187, 188, 189], mais elle présente l'avantage de produire un échantillon exempt de défauts cristallins.

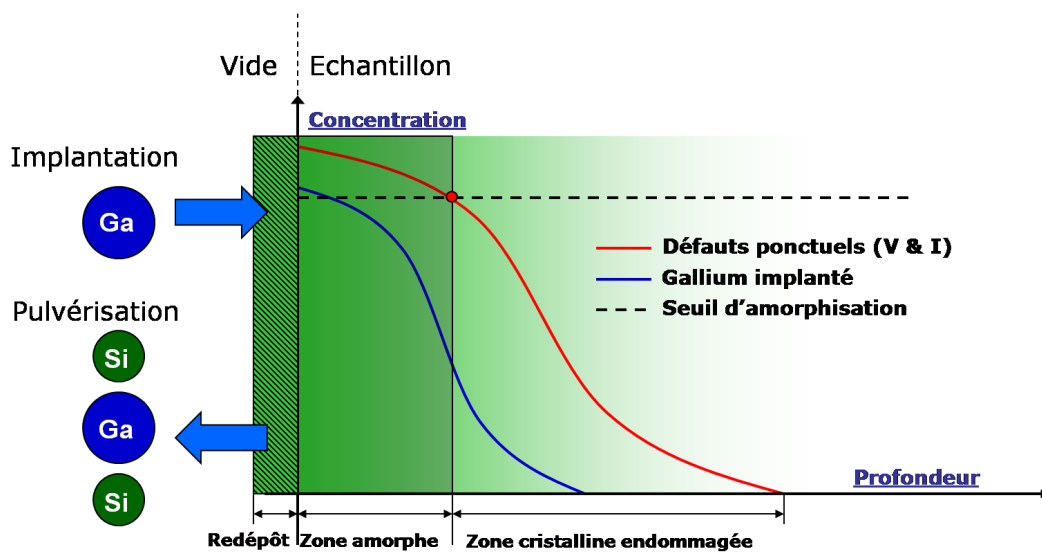
Le FIB est un outil couramment utilisé en analyse de défaillance et pour la majorité des préparations de dispositifs en microscopie électronique. Un faisceau d'ions est utilisé pour effectuer du nano-usinage, ainsi, une lamelle transparente aux électrons peut être prélevée dans la plaque. La technique est reproductible et permet de sélectionner une zone d'intérêt, avec une précision d'environ 50 nm. En revanche, le faisceau d'ions endommage la surface de l'échantillon.

#### III.1.1 La préparation d'échantillons par faisceau d'ions

Le Focused Ion Beam (FIB) est un appareil utilisant un faisceau ionique pour l'imagerie ou la micro-fabrication [190, 191]. Le faisceau est focalisé sous la forme d'une sonde de petite taille qui est balayée sur l'échantillon. Pour une énergie de 30 keV et une intensité de 11,5 nA le diamètre de la sonde est de 0,5  $\mu\text{m}$  (intensité à mi-hauteur), alors que pour une intensité de 150 pA, le diamètre du faisceau est de 35 nm [192]. Le plus petit diamètre atteignable est de 10 nm [193]. Les FIBs fonctionnent habituellement à une énergie d'accélération des ions entre 2 keV et 50 keV [194, 195]. Dans nos travaux, nous utilisons 3 valeurs particulières : 30 keV, 8 keV, et 5 keV.

---

1. Le nom de "tripode" provient du support à trois pieds utilisé pour positionner l'échantillon lors de l'abrasion.



**FIGURE III.1** – Manifestation des différentes sources d'imperfections lors de la préparation d'échantillons cristallins. Les ions incidents pulvérisent le matériau qui se redépose à la surface. Une partie des ions sont introduits dans l'échantillon et forment des défauts ponctuels, en fonction monotone de la concentration de gallium. En plus de leur présence dans le cristal, les défauts ponctuels en concentration supérieure à un seuil critique ( $\simeq 10\%$  de la densité du matériau dans le cas du silicium), créent une phase amorphe. Nous représentons ici la situation d'équilibre entre pulvérisation et implantation, en prenant pour référence l'interface entre le vide et le matériau. Avec l'érosion, le matériau en profondeur se rapproche de la surface. Ainsi, les concentrations de défauts ponctuels et de gallium ne peuvent qu'augmenter par accumulation en se rapprochant de l'interface. En conséquence, la zone amorphe se forme obligatoirement sur la surface.

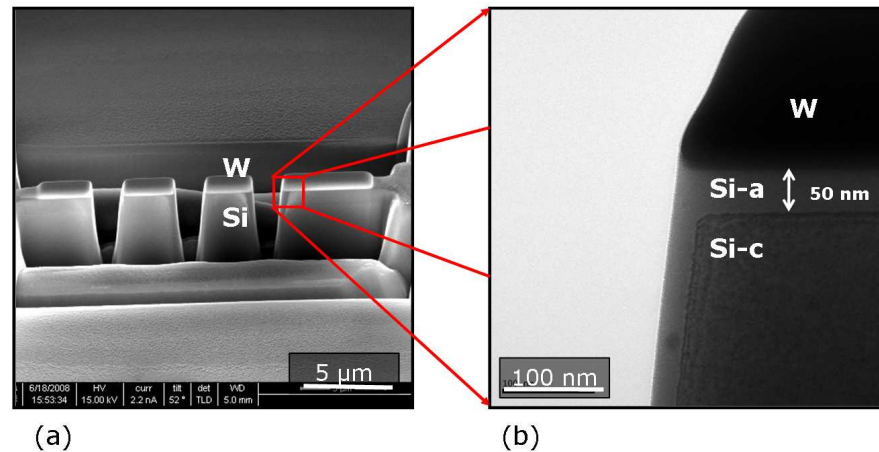
L'énergie de l'ion peut être utilisée comme activateur chimique, ce qui permet d'utiliser le FIB pour le dépôt assisté<sup>2</sup> (formation de radicaux métalliques) et pour la gravure assistée<sup>3</sup> (attaque chimique).

Le FIB forme un front de gravure : les concentrations de gallium et de défauts ponctuels résultent de l'équilibre entre pulvérisation et implantation. Comme exposé dans la figure (III.1) et la figure (III.2) la quantité de défauts ponctuels est suffisamment importante ( $> 10\%$  du matériau en surface) pour former une couche amorphe (figure (III.1)) [196, 197, 192]. Les atomes pulvérisés peuvent également se déposer sur la surface usinée, introduisant une couche indésirable. Ces imperfections sont moindres pour les faibles énergies et les incidences rasantes [198, 193, 199, 196].

La préparation d'échantillon pour la microscopie électronique utilise les fonctions de dépôt assisté (IBAD) et de gravure. Une couche de tungstène déposée par IBAD protège la zone d'intérêt (en partie : voir figure (III.2)) des ions utilisés en imagerie et de la gravure provoquée par l'étalement latéral du faisceau (la forme de la sonde ionique n'est pas un disque nettement délimité, mais se rapproche d'une gaussienne, avec une longueur de queue jusqu'à 5 fois la largeur à mi-intensité de la sonde [200, 201]). L'IBAD permet également, selon le besoin des techniques, de souder une lamelle à un micromanipulateur [202, 203].

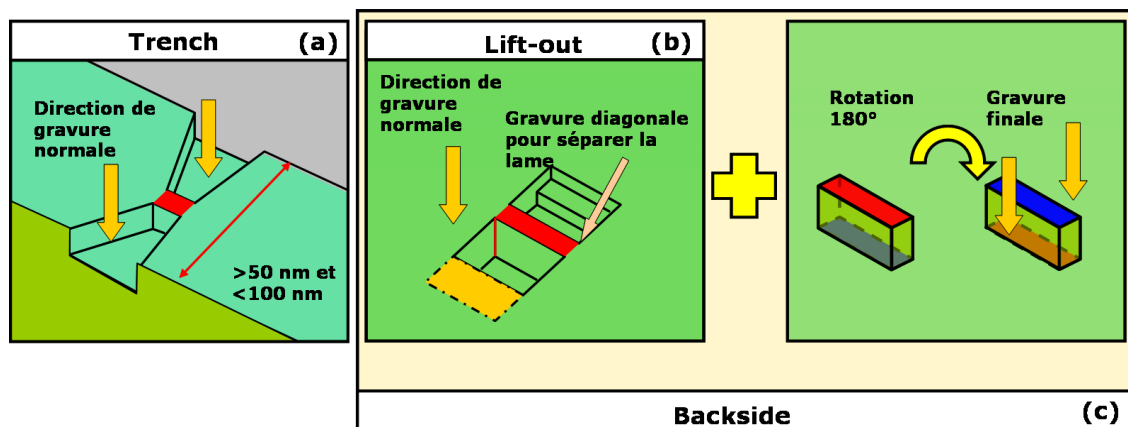
2. IBAE : Ion Beam Assisted Etching

3. IBAD : Ion Beam Assisted Deposition



**FIGURE III.2** – Image MEB (a) et image MET en champ clair (b) d'un échantillon préparé par FIB à 30 keV par technique "trench" (pas de gravure finale à une énergie inférieure). L'échantillon est composé de silicium, avec des dopages différents selon la profondeur de l'échantillon (un contraste est d'ailleurs visible en imagerie MEB). Nous observons un motif pleine plaque. Sous le dépôt de tungstène (W) et sur les bords de l'échantillon se trouve une couche amorphe de silicium (Si-a) de 50 nm. Le silicium cristallin (Si-c) comporte certainement des défauts non visibles avec l'imagerie en champ clair. L'épaisseur de la couche amorphe mise en évidence est représentative d'un faisceau de 30 keV à incidence normale (sous le tungstène) et de la gravure des zones de vide (faisceau à 30 keV et 9,3 nA).

Parmi les techniques de préparation que nous avons employées (voir [180] pour une description exhaustive), la technique "trench" illustrée dans figure (III.3)(a) [202, 204] consiste à usiner la lamelle MET dans un morceau de la plaque aminci au préalable par abrasion mécanique et à aménager des ouvertures suffisamment larges pour l'observation. C'est une technique adaptée aux observations pleine plaque. Pour les dispositifs, l'utilisation d'un micromanipulateur (technique "lift-out" [202, 203]) est plus indiquée.



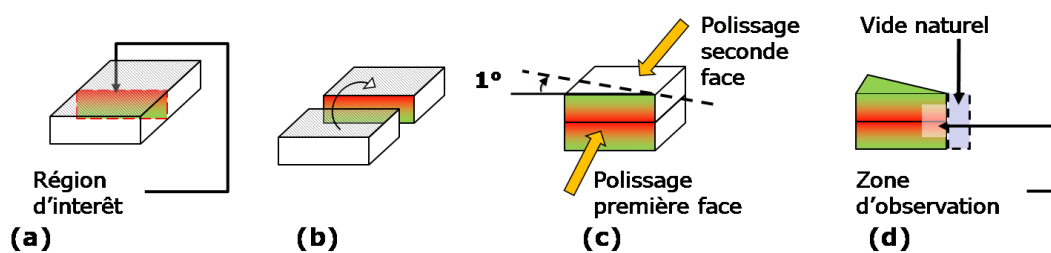
**FIGURE III.3** – Schéma de la préparation "trench" (a), "lift-out" (b) et en face arrière (backside) (c). La technique "trench" est appliquée sur un morceau de plaque aminci par polissage au préalable. Lors de la technique "lift-out", la membrane est usinée dans la masse, puis découpée et extraite par un micromanipulateur. La préparation en face arrière ajoute à cette préparation une rotation à 180° pour usiner par la face arrière

La préparation par "lift-out" (figure (III.3)) permet également de retourner l'échantillon, afin d'usiner l'échantillon par la face arrière<sup>4</sup> et d'éviter l'effet d'écran provoqué par la métallisation et la grille du dispositif. En effet, la présence de motifs au dessus de la zone d'intérêt (par exemple la grille du transistor) introduit des changements d'épaisseur qui modifient la mesure de potentiel (un écart  $> 2$  nm correspond à plus de 0,1 V dans le silicium [79]).

Tous les transistors que nous avons observés ont été préparés par la face arrière. Les diodes *p-n* ont été préparées par la technique "trench". L'énergie de 30 keV permet de mettre plus facilement en évidence les artefacts provoqués par la préparation. En revanche, pour des observations quantitatives, nous avons utilisé l'énergie de 8 keV.

### III.1.2 La préparation d'échantillons par polissage tripode

La préparation d'échantillon par polissage "tripode" consiste à amincir la zone d'intérêt en un biseau d'angle faible ( $< 1^\circ$ ) par des abrasions mécano-chimiques successives [186]. En holographie électronique, le polissage est souvent complété par un amincissement ionique (argon) à une énergie de quelques keV [81, 71, 67, 80].



**FIGURE III.4** – Etapes de préparation d'un échantillon par "tripode". A partir d'un morceau de la plaque (a), nous formons un sandwich de faibles dimensions (b). La zone d'intérêt est ainsi protégée par le collage. L'affinage par polissage forme un biseau de faible angle (c), dont l'extrémité est suffisamment fine pour être transparente aux électrons (d)

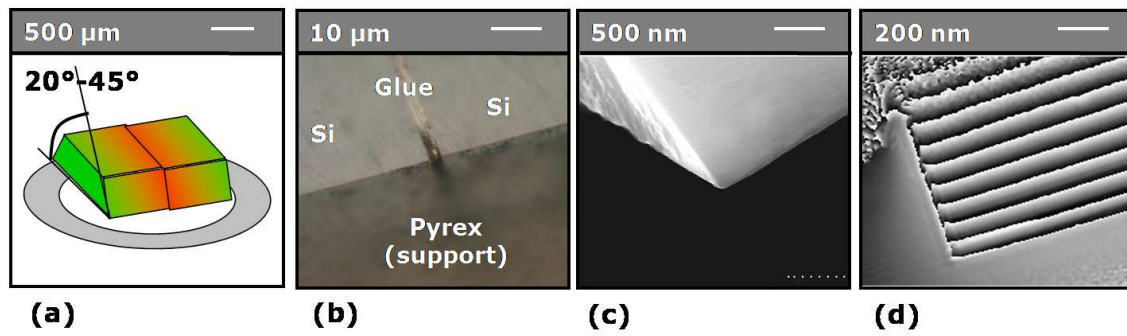
Comme illustré dans la figure (III.4), après polissage, un biseau couvre des épaisseurs variant entre 80 nm et 100 nm [189]. La lamelle est constituée de deux sections d'intérêt séparées par une couche de colle. La tenue mécanique assurée par le collage protège la zone d'intérêt des cassures lors de la préparation. Une zone de vide se trouve près de l'arrête, où l'épaisseur de l'échantillon est très fine. Pour observer un échantillon à plus forte épaisseur par holographie, il est nécessaire de créer (par exemple par FIB [85]) une ouverture loin du bord.

Nous avons observé des diodes *p-n* préparés par "tripode" afin de nous rendre compte des imperfections introduites par l'holographie sur des échantillons considérés comme cristallins et sans défaut de surface. Nous avons pour cela réalisé des échantillons par un procédé de polissage "tripode" à grand angle ( $> 20^\circ$ ). Un grand angle permet d'étudier une large plage d'épaisseurs (de 0 à 500 nm) et d'atteindre une épaisseur importante tout en utilisant la zone de vide naturelle en fin de biseau [65]<sup>5</sup>.

4. Préparation dite "backside", en face arrière

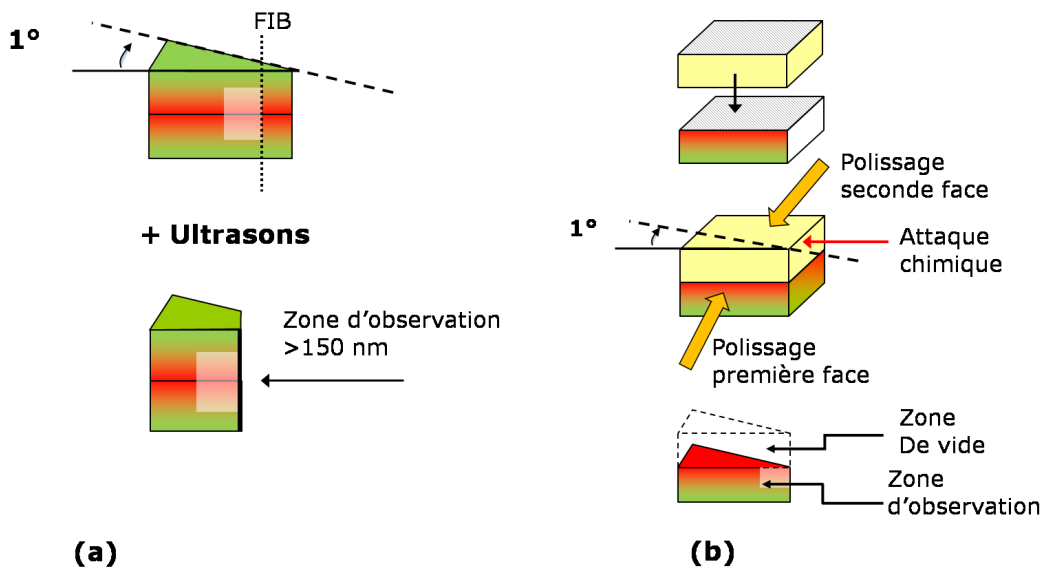
5. Expérience similaire en préparation par FIB





**FIGURE III.5** – Préparation "tripode" à grand angle. Schéma (a), image optique (b), image MEB (c), et image de phase (d) d'un biseau préparé par "tripode" à grand angle. L'image (b) présente l'échantillon avant abrasion chimique : les étapes suivantes rapprochent le collage du bord. L'image (c) est prise après observation de l'échantillon. Le silicium à gauche du joint de collage a été détruit. L'image (b) présente des rayures dans le sens du joint de colle dues au polissage mécanique avec un grain de  $1\ \mu\text{m}$ . Contrairement à une préparation par "tripode" classique [189], il n'y a pas de franges d'interférence dans l'image optique, en raison de l'angle important du biseau (réflexion totale). L'image de phase présente une partie de l'échantillon où le dopage est uniforme. Les franges de même phase représentent les lignes de même épaisseur.

En effet, pour une jonction  $p$ - $n$  symétrique dopée à  $10^{19}\ \text{at.cm}^{-3}$ , à 200 kV, le saut de phase théorique à  $1\ \mu\text{m}$  du bord d'un biseau de  $30^\circ$  vaut 4,2 rad contre 0,12 rad pour un biseau de  $1^\circ$  dans les mêmes conditions. Pour  $1^\circ$ , le saut de phase est même inférieur à la limite de détection de la technique. Un échantillon de silicium préparé par polissage à grand angle est présenté dans la figure (III.5). Le saut de phase obtenu est peu bruité et varie continûment avec l'épaisseur du biseau. Les variations latérales de phase sont négligeables.



**FIGURE III.6** – Schéma de préparation avec ligne FIB et vibrations (a) et schéma de préparation avec résine sacrificielle.

La préparation par tripode à grand angle, qui tire profit de la zone de vide naturelle, est inadaptée aux dispositifs réels car les variations d'épaisseur sont trop importantes. Pour ouvrir une zone de vide sur des échantillons préparés à un angle  $\simeq 1^\circ$  nous proposons deux stratégies illustrées par la figure (III.6). Une première solution est une alternative plus douce à la gravure d'une ouverture par FIB [85] consistant à graver une ligne unique par FIB, proche de la zone d'intérêt, puis de l'utiliser pour initier une fissure propagée par ultrasons. Une seconde solution, adaptée aux zones d'intérêt proches de la surface, serait de protéger le dessus d'un échantillon par une résine sacrificielle, puis de libérer la surface par attaque chimique.

### III.2 Simulation du profil de défauts et de gallium lors de la gravure ionique

La préparation d'échantillons par FIB introduit des défauts ponctuels et des atomes de gallium dans l'échantillon, avec pour conséquence l'introduction d'artefacts lors de l'observation par holographie [75, 76, 77, 78]. Afin d'établir un lien entre ces imperfections et leurs effets sur la phase en holographie, il est nécessaire d'avoir une représentation fidèle du profil de gallium et de défauts aux abords des parois d'un échantillon. Le profil de concentration du gallium peut être obtenu avec une résolution nanométrique en profondeur par SIMS ou APT [205], ce qui n'est pas le cas des défauts ponctuels.

Les modèles d'implantation ionique Monte Carlo permettent par simulation de retrouver à la fois le profil de gallium et de défauts. De nombreux modèles d'implantation existent et sont couramment utilisés [206, 100, 101, 92, 207, 208], mais ils sont inadaptés à la simulation de la préparation par FIB, où l'érosion de l'échantillon doit être prise en compte.

Des modèles combinant implantation et érosion ont été développés dans la littérature [209, 195], mais ils ne décrivent pas précisément la concentration de défauts ponctuels. Nous proposons un modèle original de représentation du gallium et de défauts ponctuels, en combinant en 1D le modèle d'implantation Monte Carlo *TAURUS* de *SYNOPTSYS* [98] et un modèle d'érosion inspiré de la littérature [198].

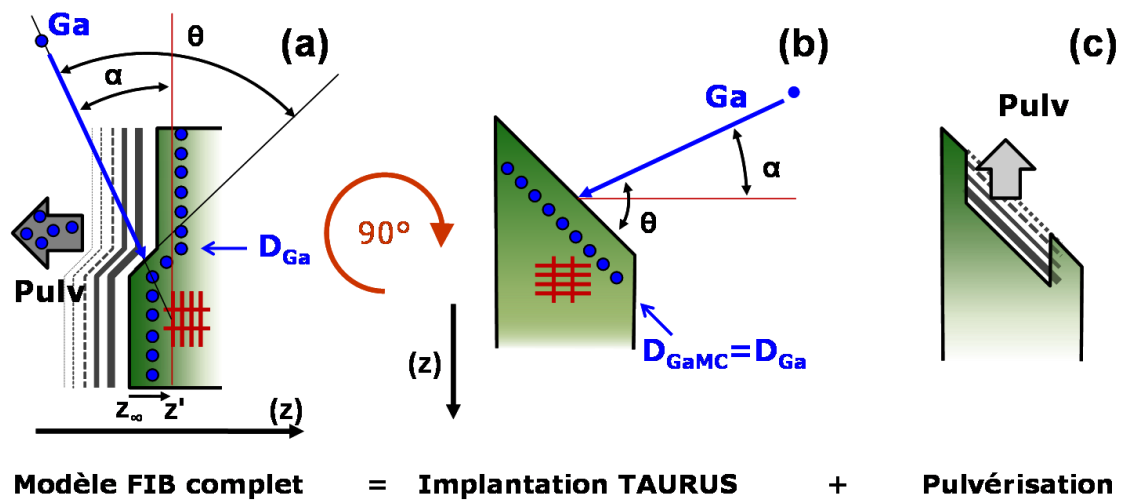
Nous travaillons avec les hypothèses suivantes :

- L'implantation d'un ion à un instant donné se fait dans des conditions similaires à l'implantation dans un matériau sans la pulvérisation. Cette implantation est simulée par le code *TAURUS*, le modèle d'implantation Monte Carlo de *SPROCESS*.
- Nous simulons la cascade de collisions dans son intégralité, afin de représenter fidèlement la concentration des défauts.
- La dose d'implantation du simulateur est  $D_{GaMC}$ , équivalente à la concentration réelle de gallium dans une lamelle FIB (voir figure (III.7)).
- Le taux de pulvérisation, l'angle d'incidence et l'énergie des ions incidents sont constants, quelle que soit l'implantation considérée.
- Les profils en profondeur de gallium et de défauts sont étudiés en 1D.

Parmi les simulateurs disponibles, nous avons privilégié *TAURUS* car il prend en compte la recombinaison dynamique des défauts. Cet aspect nous a paru plus important que des effets tel la canalisation cristalline, qui intervient peu avec un ion de la taille du gallium et l'angle du faisceau. Le code SRIM [206] prend en compte les propriétés individuelles des ions et des atomes de la cible. Il nous a permis d'obtenir le taux de pulvérisation du silicium par le gallium<sup>6</sup>.

L'implantation de la dose totale est simulée par la répétition de deux étapes (figure (III.7)). Dans un premier temps, une dose discrète  $\delta(D)$  est implantée selon le modèle *TAURUS* (sans érosion), en prenant pour origine l'interface entre le vide et le silicium. Dans un second temps, la pulvérisation est prise en compte en supprimant une couche de l'échantillon sur une distance correspondant à la dose  $\delta(D)$  et au taux de pulvérisation par le faisceau FIB  $\tau_{GaSi}$ . La densité volumique du silicium,  $\rho_{Si}$ , apparaît dans la relation entre profondeur pulvérisée et dose. La première étape est répétée et

6. Cette grandeur est noté  $\tau_{GaSi}$ , c'est le nombre moyen d'atome éjectés de la cible par un ion incident



**FIGURE III.7** – Schéma de notre modèle d'implantation de gallium dans un échantillon préparé par FIB (a). La gravure ne se fait pas par pulvérisation plan par plan, mais ligne par ligne, d'abord en profondeur, ce qui crée un front d'implantation avec un angle  $\theta$ , puis, après avoir creusé l'échantillon sur toute sa hauteur, latéralement. Cette situation complexe est prise en compte en deux étapes : une implantation infinitésimale (b) et une pulvérisation de matière (c). La concentration infinitésimale est normalisée par la dose infinitésimale  $\delta(D)$  à partir d'une simulation à une dose  $D_{GaMC}$ .  $D_{GaMC}$  correspond à la dose équivalente  $D_{Ga}$  dans un échantillon préparé par FIB. La dose infinitésimale implantée prend donc en compte le même état de dégradation du matériau que l'état d'équilibre du FIB. Le profil de concentration obtenu par Monte Carlo est projeté selon l'axe  $(z)$ .

une nouvelle dose  $\delta(D)$  est implantée en prenant pour origine la nouvelle interface entre le silicium et le vide. Nous considérons l'état d'équilibre représentant le front de gravure du FIB. Cette situation correspond mathématiquement à faire tendre la dose totale vers l'infini.

La gravure par FIB s'effectue à incidence rasante ( $\alpha_{FIB} \simeq 0^\circ$  dans la figure (III.7)) mais une simulation se limitant à cet angle ne reproduit pas la réalité. La gravure d'une paroi correspond

angle d'incidence locale ( $\theta$ )	taux de pulvérisation à 8 keV	taux de pulvérisation à 30 keV
1°	9,3	16,6
10°	16,6	28,1
20°	14,2	20,8
30°	9,4	12,8
40°	5,8	7,8
50°	3,8	5,0
60°	2,5	3,4
70°	1,8	2,5
80°	1,6	2,1

**TABLE III.1** – Taux de pulvérisation  $\tau_{GaSi}$ , en fonction de l'angle d'incidence locale et de l'énergie d'incidence. Ces résultats sont issus d'une simulation Monte Carlo sous SRIM [206].  $\tau_{GaSi}$  est le nombre d'atomes de la cible éjectés par un ion incident.

à une série de passages du faisceau qui résulte en une interface qui n'est pas forcément verticale [193, 198]. Nous avons modélisé la valeur de cet angle ( $\theta$  dans la figure (III.7)) en l'appliquant à la simulation Monte Carlo, puis en projetant le profil obtenu ( $C_{Ga_0}$ ) sur l'axe de la profondeur de la lamelle (comme  $\alpha_{FIB}$  est petit,  $\theta$  est à la fois l'angle d'implantation et l'inclinaison du front de gravure ligne par ligne).

L'ensemble de ce modèle est synthétisé par une formulation mathématique. Nous l'avons implémenté dans un code sous C/C++. Les détails du calcul sont disponibles dans l'annexe A.

Lors de l'implantation Monte Carlo, le matériau est sans défauts et ne contient aucun atome de gallium au delà d'une profondeur  $z_{max}$ . En se plaçant à une profondeur  $z'$  du front de gravure  $z_\infty$ , nous pouvons exprimer la concentration de gallium  $C_{Ga}(z')$ , d'interstitiels  $C_I(z')$ , et de lacunes  $C_V(z')$  dans la paroi préparée par FIB sous la forme :

$$C_{Ga}(z') = \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}} \times \cos(\theta)} \int_{z'}^{z_{max}} \frac{C_{Ga_0}(x \times \cos(\theta))}{D_{Ga_{MC}}} dx. \quad (III.1)$$

$$C_I(z') = \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}} \times \cos(\theta)} \int_{z'}^{z_{max}} \frac{C_{I_0}(x \times \cos(\theta))}{D_{Ga_{MC}}} dx. \quad (III.2)$$

$$C_V(z') = \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}} \times \cos(\theta)} \int_{z'}^{z_{max}} \frac{C_{V_0}(x \times \cos(\theta))}{D_{Ga_{MC}}} dx. \quad (III.3)$$

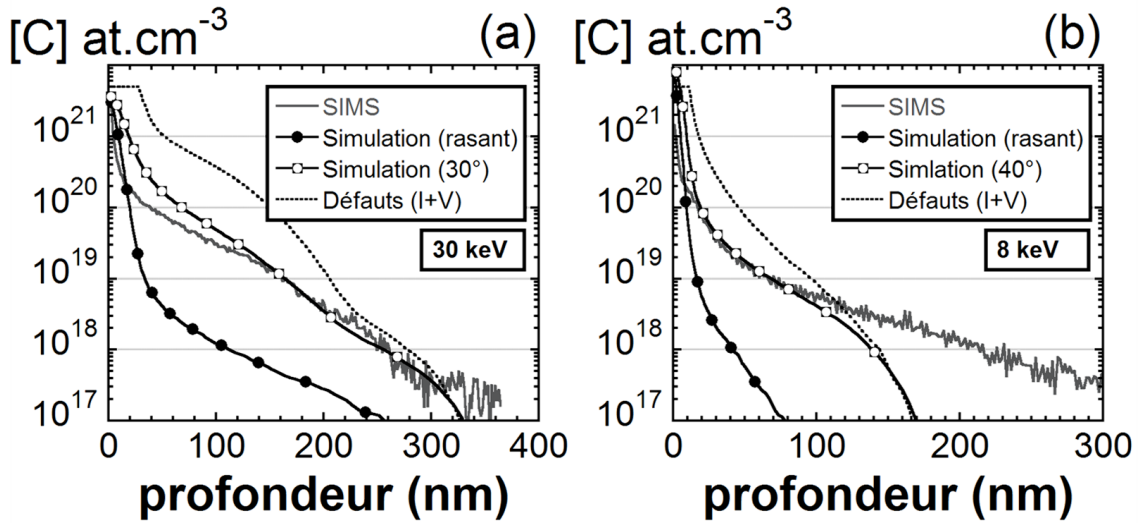
La dose de gallium,  $D_{Ga_{MC}}$ , normalise tous les profils ( $C_{Ga_0}, C_{I_0}, C_{V_0}$ ) issus de la simulation Monte Carlo.

A partir de l'expression de la concentration de gallium en fonction de la profondeur, nous pouvons calculer une dose équivalente avec pulvérisation, correspondant à la quantité de gallium dans une paroi préparée par FIB :

$$D_{Ga} = \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}}} \int_0^{z_{max}} z \times \frac{C_{Ga_{MC}}(z)}{D_{Ga_{MC}}} dz. \quad (III.4)$$

La dose simulée  $D_{Ga}$  et le taux de pulvérisation  $\tau_{Ga_{Si}}$ , sont les deux paramètres permettant d'ajuster la simulation à l'expérience : la connaissance du taux de pulvérisation est nécessaire à la détermination du profil simulé, mais en son absence, la dose de gallium réelle, obtenue par SIMS, peut être imposée au profil simulé. Dans ce cas, l'ajustement nous fournit une valeur de  $\tau_{Ga_{Si}}$ . Nos courbes ont été ajustées grâce aux taux de pulvérisation extraits de simulations par SRIM (tableau (III.1)).

Pour les deux énergies du FIB (30 keV et 8 keV), nous avons simulé la gravure d'une lamelle de silicium, en reproduisant une gamme d'angles  $\theta$  variant entre  $10^\circ$  et  $80^\circ$ , et un panel de doses Monte Carlo  $D_{Ga_{MC}}$  entre  $10^9$  at.cm<sup>-2</sup> et  $10^{16}$  at.cm<sup>-2</sup>. Les doses Monte Carlo ne sont pas pertinentes : lors de la gravure par FIB, nous étudions une situation d'équilibre du front de gravure. D'ailleurs, dans notre modèle, nous faisons tendre la dose vers l'infini. L'utilisation d'une plage de valeurs a néanmoins son importance car le modèle de simulation *TAURUS* est sensible à l'accumulation de défauts. Nous prenons en compte la recombinaison dynamique des défauts ponctuels [98] et la formation dynamique de silicium amorphe [210]). La dose Monte Carlo a pour rôle de refléter l'endommagement permanent de la paroi. Nous favorisons les doses Monte Carlo proches de la dose équivalente, calculée en intégrant la concentration de gallium des profils SIMS.



**FIGURE III.8** – Profils d'implantation du gallium obtenus par mesures SIMS et par simulations avec notre modèle, pour une gravure FIB de 30 keV et 8 keV. D'après les profils SIMS, les ions se situent à une profondeur moyenne  $R_{p(Ga\ 30keV)} = 17\text{ nm}$  et  $R_{p(Ga\ 8keV)} = 14\text{ nm}$ . Les doses équivalentes de gallium ( $D_{Ga}$ ) sont de  $2,5 \times 10^{15}\text{ at.cm}^{-2}$  à 30 keV, et de  $1 \times 10^{15}\text{ at.cm}^{-2}$  à 8 keV. Les doses Monte Carlo utilisées donnant les meilleures approximations de la situation, sont proches de ces valeurs ( $10^{14}\text{ at.cm}^{-2}$  pour 8 keV, et  $10^{15}\text{ at.cm}^{-2}$  pour 30 keV). Les profils simulés à incidence rasante ( $\theta = 1^\circ$ ) ne permettent pas de reproduire le profil de gallium : il est nécessaire d'introduire l'incidence du front de gravure ligne par ligne dans notre cas ( $\theta = 30^\circ$  à 30 keV, et  $\theta = 40^\circ$  à 8 keV). Nous avons utilisé une valeur de densité volumique  $\rho_{Si}$  de  $5 \times 10^{22}\text{ at.cm}^{-3}$ . Le taux de pulvérisation  $\tau_{GaSi}$  est fixé à 12,8 pour 30 keV et 5,8 pour 8 keV, en accord avec les valeurs du tableau (III.1). Grâce au profil de défauts (I+V), également simulé par notre modèle, nous avons trouvé une épaisseur amorphe de 25 nm à 30 keV, et 10 nm à 8 keV. Le silicium devient amorphe lorsque  $\frac{1}{10}$  des atomes du cristal sont déplacés [91, 92]. Les profils SIMS ont été obtenus par J-P. Barnes (CEA/LETI).

Les résultats de nos investigations sont présentés dans la figure (III.8). Les profils exposés correspondent aux paramètres les mieux ajustés à l'expérience. La simulation à incidence rasante ne reproduit pas correctement le comportement du FIB. Nous avons évalué les angles du front de gravure locale à  $\theta = 30^\circ$  pour la gravure à 30 keV et  $\theta = 40^\circ$  pour la gravure à 8 keV. Ces indices sont les plus adaptés à deux titres : les profils de gallium simulés sont proches de l'expérience et les taux de pulvérisation, adaptés à l'appréciation des courbes SIMS, correspondent également aux atomes éjectés par la surface lors d'une simulation SRIM (tableau (III.1)).

Les doses Monte Carlo, respectivement de  $10^{14}\text{ at.cm}^{-2}$  pour 8 keV et  $10^{15}\text{ at.cm}^{-2}$  pour 30 keV, donnent les meilleures estimations. Leur influence sur la concentration de gallium est faible, car il est peu sujet aux phénomènes de canalisation cristalline. Alors que l'accumulation des ions est un phénomène quasi-linéaire avec la dose, les défauts ponctuels tendent à se recombinaison plus fortement en cas d'endommagement de la cible.

Comme illustré dans la figure (III.8), les doses que nous avons choisies fournissent une épaisseur amorphe de 25 nm à 30 keV, cohérente avec la littérature [199, 196], et une épaisseur de 10 nm à 8 keV, légèrement plus élevée que la bibliographie (5 nm) [83, 209, 196]. Cet écart est dû à une mauvaise estimation du profil de gallium en surface de l'échantillon. Ce désaccord illustre les différences entre la cible que nous modélisons et la paroi préparée par FIB. Lors de la gravure, il se crée une

situation d'équilibre, les conditions d'implantation sont théoriquement immuables et la dose équivalente représente l'état d'endommagement permanent de la paroi. Au contraire, lors de la simulation Monte Carlo, la cible est initialement vierge de défauts d'implantation et l'endommagement se crée au fur et à mesure. L'écart sur la dose n'est pas un paramètre critique : ce n'est qu'un paramètre à fournir à '*TAURUS*' qui n'a pas d'influence théorique sur le profil de gallium.

Le profil de gallium simulé à 30 keV est relativement proche l'expérience. Des disparités sont observées aux fortes concentrations ( $> 10^{19}$  at.cm<sup>-3</sup>). La simulation à 8 keV est éloignée de la mesure : en plus d'écarts pour les concentrations  $> 10^{20}$  at.cm<sup>-3</sup>, le profil est incapable de reproduire la concentration de gallium au-delà de 150 nm.

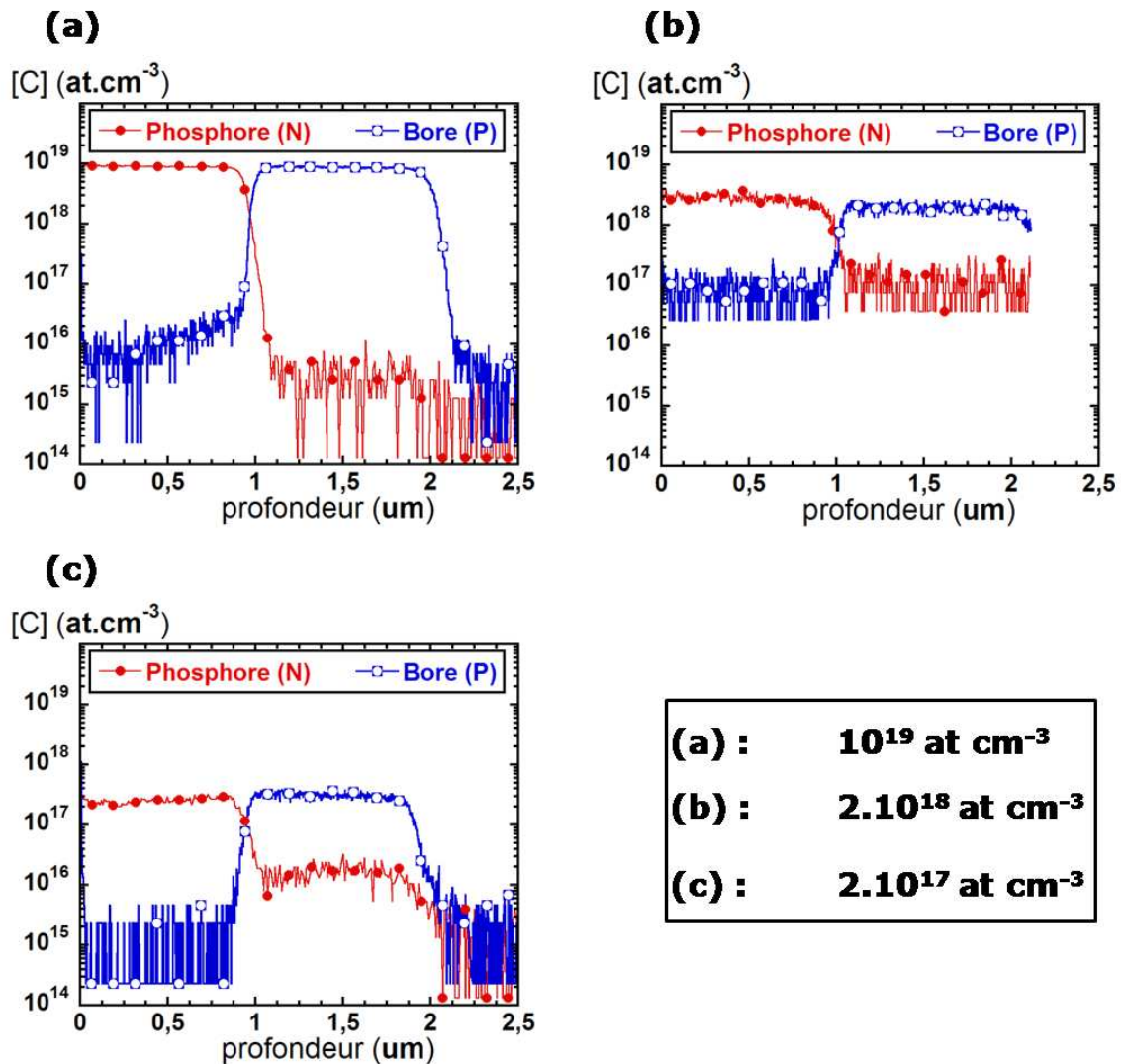
Nous imputons en partie l'écart obtenu pour 8 keV à la simulation Monte Carlo initiale : contrairement aux dopants usuels (bore, arsenic, antimoine, phosphore), l'implantation du gallium a peu été étudiée en dessous de 10 keV. En effet, le profil SIMS indique une concentration significative,  $> 10^{18}$  at.cm<sup>-3</sup>, au-delà de la profondeur maximale d'implantation de gallium trouvée par simulation (180 nm).

Le modèle que nous avons développé permet une bonne estimation du profil de gallium dans une lamelle FIB préparée à 30 keV. Sa mise en place est rapide et son temps de calcul est négligeable. Il ne nécessite pas le développement complet d'un code d'implantation et d'évolution topographique et peut facilement évoluer, notamment pour prendre en compte l'intégration du gallium implanté dans les propriétés de la cible [211]. Par contre, comme nous l'avons vu, sa fiabilité est tributaire du moteur d'implantation Monte Carlo.

Grâce à cette expérience, nous avons pu vérifier les hypothèses de [198, 193] concernant la forme exacte du front de gravure : nous avons vérifié l'existence d'un front de gravure ligne par ligne et estimé son orientation (30° à 30 keV, et 40° à 8 keV). Cette simulation nous a surtout permis d'obtenir la concentration de défauts dans le silicium après gravure par FIB. L'état de l'art sur les effets de la préparation FIB en holographie [75, 83] montre une corrélation entre ces défauts et les artefacts d'observation de l'holographie. Cependant, la répartition exacte de ces défauts et leur variation avec les paramètres de la préparation FIB est un premier pas vers son analyse fine.

### III.3 Stratégie d'exploitation d'échantillons

Les jonctions constituent des échantillons élémentaires et directement appliqués aux dispositifs de la micro-électronique. Lors de nos études, nous avons cherché à caractériser plusieurs jonctions avec des préparations différentes, afin de mettre en évidence les artefacts de préparation et d'observation. Nos échantillons sont des jonctions  $p$ - $n$  pleine plaque, dopées bore ( $p$ ,  $1\ \mu\text{m}$ ) et phosphore ( $n$ ,  $1\ \mu\text{m}$ ) dans le silicium.



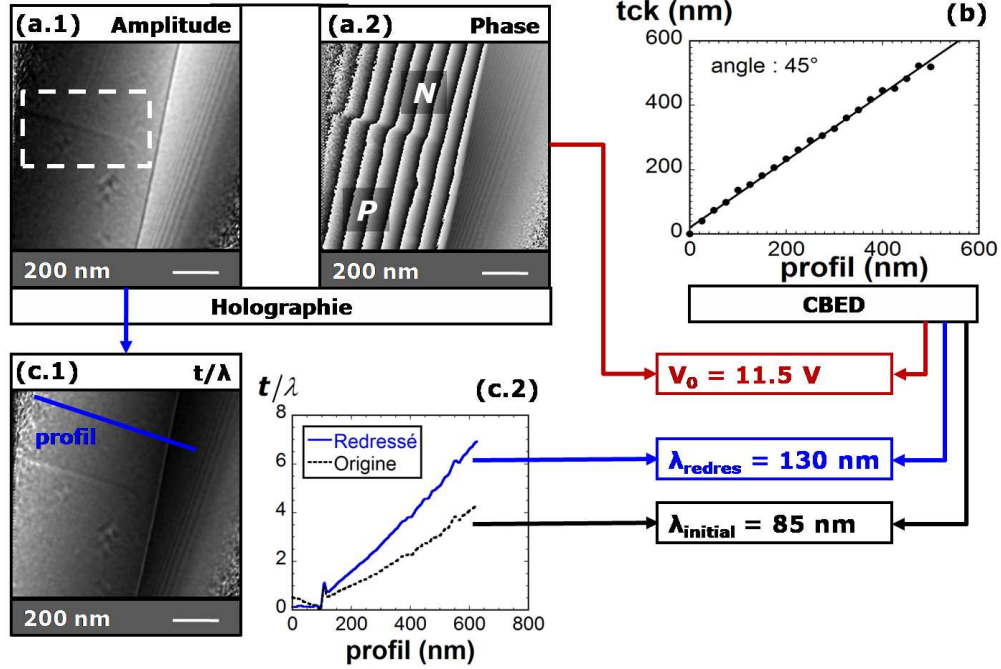
**FIGURE III.9** – Concentrations en bore et en phosphore obtenues par SIMS dans les échantillons tests en fonction de la profondeur. Les profils sont utilisés avec la permission de J-P. Barnes. Les échantillons ont été réalisés par J-M Hartmann et J-F Damlencourt

Les profils de concentration du bore et du phosphore des trois échantillons utilisés ont été obtenus par SIMS (voir figure (III.9)). Les échantillons étant réalisés par épitaxie, la concentration chimique est supposée identique à celle des dopants électriquement actifs.



Les jonctions  $p$ - $n$  caractérisées sont abruptes et symétriques. Leur concentration de dopant est égale à  $2 \times 10^{17} \text{ at.cm}^{-3}$ ,  $2 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ , et  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$ .

### III.3.1 Calcul d'épaisseur du silicium dans l'échantillon



**FIGURE III.10** – Amplitude (a.1) et phase (a.2) d'un échantillon préparé par polissage tripode à grand angle. L'angle du biseau a été estimé à  $45^\circ$  à partir du profil d'épaisseurs calculées par CBED [212] (b). L'amplitude extraite de l'hologramme permet de tracer une carte (c.1) d'épaisseur normalisée par le libre parcours moyen des électrons  $\lambda_{lpm}$  (décrite dans l'équation (III.5)). Un profil (c.2) d'épaisseur normalisée est extrait de (c.1), par redressement selon la pente dans le vide au profil. La connaissance de l'angle du biseau permet d'estimer le potentiel moyen interne dans le silicium  $V_0 = 11,5 \text{ V}$  en accord avec [154, 157, 213, 160], et le libre parcours moyen des électrons. Le profil initial permet de calculer  $\lambda_{initial} = 85 \text{ nm}$ . Si l'on considère que les variations du vide sont dues à un artefact, un redressement de l'amplitude conduit à  $\lambda_{redres} = 130 \text{ nm}$ . Cette valeur est en accord avec la littérature [214]. La jonction  $p$ - $n$  se manifeste sur l'image en amplitude par un contraste sombre. Le changement d'épaisseur ne permet pas de garder l'ensemble de l'échantillon focalisé. La ligne sombre apparaît selon un principe similaire à l'holographie électronique "in-line", aussi connue sous le nom de technique des séries défocalisées [155, 158, 159]. L'échantillon est d'autant plus défocalisé que son épaisseur est importante.

D'après l'équation (II.17) et l'équation (II.20), le potentiel lié aux dopants  $V_{dop}(x, y)$  se déduit de la phase  $\varphi_{dop}(x, y)$  d'un hologramme et de l'épaisseur locale  $t_{Si}(x, y)$  :

$$\varphi_{dop}(x, y) = C_E \times V_{dop}(x, y) \times t_{Si}(x, y).$$

La mesure d'épaisseur est donc nécessaire à l'exploitation des images de phase.

Nous avons utilisé trois techniques distinctes pour mesurer l'épaisseur de nos échantillons : le libre parcours moyen des électrons ( $\lambda_{lpm}$ ), le libre parcours moyen inélastique des électrons ( $\lambda_{inel}$ ), et les clichés de diffraction à grand angle<sup>7</sup>.

7. CBED : Convergent Beam Electron Diffraction

En traversant le silicium, l'amplitude électronique est atténuée selon une loi de Beer-Lambert. Si  $A_0$  est l'amplitude de l'onde dans le vide et si  $A_{mat}(x, y)$  est l'amplitude dans le silicium en un point donné, l'épaisseur de l'échantillon ( $t(x, y)$ ) s'exprime sous la forme [60] :

$$\frac{t(x, y)}{\lambda_{lpm}} = -2 \ln\left(\frac{A_{mat}(x, y)}{A_0}\right). \quad (\text{III.5})$$

Le libre parcours moyen des électrons dans le silicium  $\lambda_{lpm}$ , a été estimée entre 85 nm et 89 nm [215, 216] et à 130 nm [214] pour une tension d'accélération de 200 kV, probablement en raison de différences d'ouverture angulaire de la lentille objectif du MET [172, 75]. Lors de nos travaux, nous avons trouvé une valeur de 130 nm.

Dans la figure (III.10), la valeur de  $\lambda_{lpm}$  est calculée en comparant l'épaisseur normalisée par  $\lambda_{lpm}$ , extraite de l'image en amplitude, au profil d'épaisseur calculé par CBED. L'estimation du potentiel moyen interne ( $V_0 = 11,5$  V) valide un angle de biseau de  $45^\circ$ . Le profil initial d'épaisseur normalisée conduit à  $\lambda_{lpm} = 85$  nm proche de la littérature [215, 216]. Cependant, nous observons un artefact de reconstruction, car une épaisseur d'échantillon est mesurée dans le vide.

L'hologramme est moins large que l'image, son intensité est donc variable en s'éloignant du centre. Ces variations dans la modulation d'amplitude expliqueraient le besoin de redresser le profil.

En redressant le profil d'épaisseur normalisée pour que l'épaisseur dans le vide soit nulle, nous obtenons l'estimation  $\lambda_{lpm} = 130 \text{ nm} \pm 15 \text{ nm}$ . Cette valeur sera utilisée dans l'ensemble de nos travaux et doit être considérée comme caractéristique des instruments utilisés (MET Titan et Tecnai).

La forte variation dans l'estimation de  $\lambda_{lpm}$ , selon que le profil soit redressé ou non, démontre l'intérêt d'utiliser d'autres méthodes de caractérisation que l'amplitude holographique pour la mesure d'épaisseur.

L'amplitude de l'onde est extraite de l'hologramme, mais nous pouvons également utiliser l'intensité d'une image en champ clair, égale au carré de l'amplitude ( $I = A^2$ ). L'onde dans le vide est monochromatique. Lors des collisions inélastiques dans le silicium, le rapport entre l'intensité des électrons élastiques  $I_{el}(x, y)$  et l'intensité totale  $I_{tot}(x, y)$  au point (x,y) suit une loi de Beer-Lambert en fonction de l'épaisseur  $t(x, y)$  [217] :

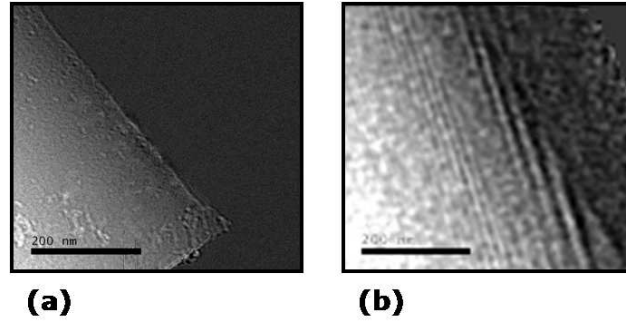
$$\frac{t(x, y)}{\lambda_{inel}} = -\ln\left(\frac{I_{el}(x, y)}{I_{tot}(x, y)}\right). \quad (\text{III.6})$$

$\lambda_{inel}$  est une distance caractéristique représentant la probabilité de collision inélastique et qui vaut 150 nm [217]. Au contraire,  $\lambda_{lpm}$  représente l'atténuation de l'onde. L'intensité totale  $I_{tot}$  est mesurée par une image en champ clair brute et une image avec un filtrage des électrons sur une perte d'énergie nulle<sup>8</sup> mesurant  $I_{el}$ .

Comme illustré dans la figure (III.11), le bruit est beaucoup plus important sur une cartographie extraite de l'holographie que sur une cartographie extraite d'images en champ clair. L'amplitude de l'hologramme présente également des artefacts et une résolution dégradée. Néanmoins, l'amplitude et la phase d'un hologramme sont extraites d'une même image complexe, ce qui permet la

---

8. ZLP : Zero Loss Pike



**FIGURE III.11** – Cartographie d'épaisseur dans un biseau de silicium préparé par polissage "tripode". L'image (a) est obtenue à partir d'une image non filtrée en énergie en champ clair et d'une image filtrée à la perte d'énergie nulle (ZLP). L'image (b) est extraite de l'image en amplitude reconstruite par holographie. Les deux images sont extraites avec le même grandissement. Les libres parcours moyens des électrons et de collision inélastique sont respectivement pris à  $\lambda_{inel} = 150$  nm (a) et  $\lambda_{lpm} = 130$  nm (b). Dans l'image (b) les lignes transversales sont dues à la diffraction de Fresnel du biprisme.

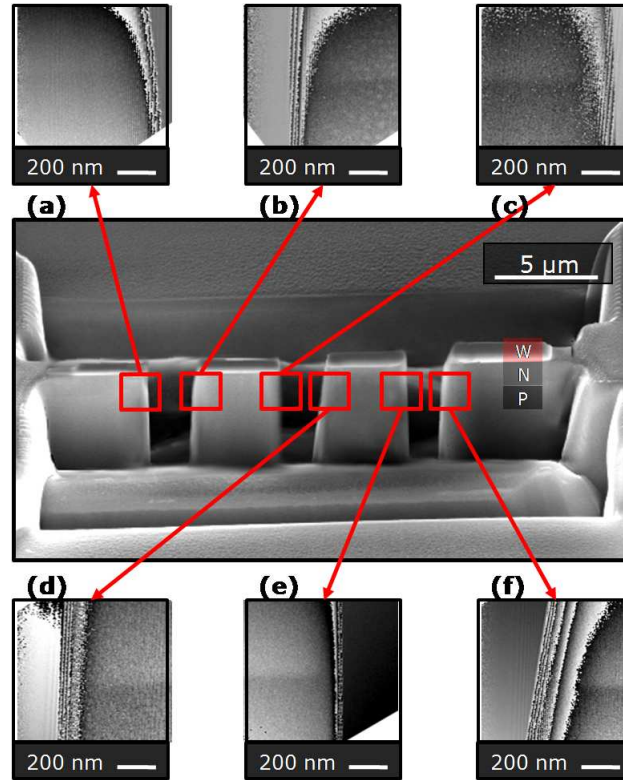
correspondance exacte entre l'épaisseur issue de l'hologramme et la phase. La mesure d'épaisseur par l'intensité en champ clair convient à l'extraction de la valeur d'une épaisseur constante ou régulière (un biseau par exemple). Au contraire, la mesure d'épaisseur par l'amplitude d'un hologramme permet de corrélérer les variations de phase aux variations d'épaisseur. Nous pouvons par exemple vérifier si un profil de phase est extrait pour une épaisseur rigoureusement constante.

A 30 keV le faisceau FIB introduit sur chaque paroi une couche amorphe de l'ordre de  $20 \text{ nm} \pm 10 \text{ nm}$  [209, 218] que nous retrouvons par notre modèle de simulation. L'incertitude est fonction des paramètres de préparation d'échantillon. Seuls les dopants en site actif sont mesurés par l'holographie, les couches amorphes constituent donc une zone à ne pas considérer. L'amplitude holographique et l'intensité en champ clair sont sensibles à l'épaisseur totale de silicium. C'est pourquoi nous mesurons l'épaisseur par CBED. L'épaisseur extraite est exclusivement cristalline et mesurée en un seul point, cette technique est donc adaptée aux échantillons d'épaisseur constante ou variant régulièrement. La technique permet de retrouver des épaisseurs cristallines avec une précision  $< 1\%$ , pour les épaisseurs supérieures à 100 nm [212], ce qui est le cas de nos échantillons préparés par FIB.

### III.3.2 Calcul de saut de potentiel

Afin d'illustrer le protocole appliqué aux hologrammes, nous exposons dans cette section l'extraction des informations liées à la jonction symétrique dopée à  $2 \times 10^{18} \text{ at cm}^{-3}$  et préparée par FIB à 30 keV, selon la technique "trench". Une série de membranes d'épaisseurs différentes sont formées, comme illustré dans la figure (III.12). Le contraste de phase de chaque coté de la jonction révèle le dopage et augmente avec l'épaisseur de l'échantillon. L'interprétation de  $\varphi_{bi}$  n'est pas pertinente en raison de la forme des membranes. L'interface entre l'échantillon et le vide provoque un saut de phase de plusieurs fois  $2\pi$  sur quelques pixels, qu'il n'est pas possible de quantifier.  $\varphi_{bi}$  est donc définie à  $2\pi$  près, alors que  $\varphi_{dop}$  se mesure par un profil de phase à travers la jonction.

Les profils de phase ont souvent besoin d'être redressés, afin de compenser deux effets parasites : les différences d'épaisseur et la présence d'un champ électrostatique dans le vide. Comme illustré par la figure (III.13)(a, b, c, d), la phase extraite d'un profil peut présenter une pente due à des différences d'épaisseur. En utilisant l'amplitude holographique, nous pouvons déterminer un écart



**FIGURE III.12** – Image MEB d'un échantillon préparé par la technique "trench" (centre) et images de phase correspondant aux différentes membranes (haut et bas). L'échantillon est une jonction  $p$ - $n$  symétrique bore-phosphore dopée à  $2 \cdot 10^{18}$  at.cm $^{-3}$ . Le contraste de phase entre le côté  $p$  et le côté  $n$  est croissant avec l'épaisseur de la membrane ((a) vers (f)). Sur cet échantillon, les variations d'épaisseur sur une même membrane introduisent un gradient de phase vertical.

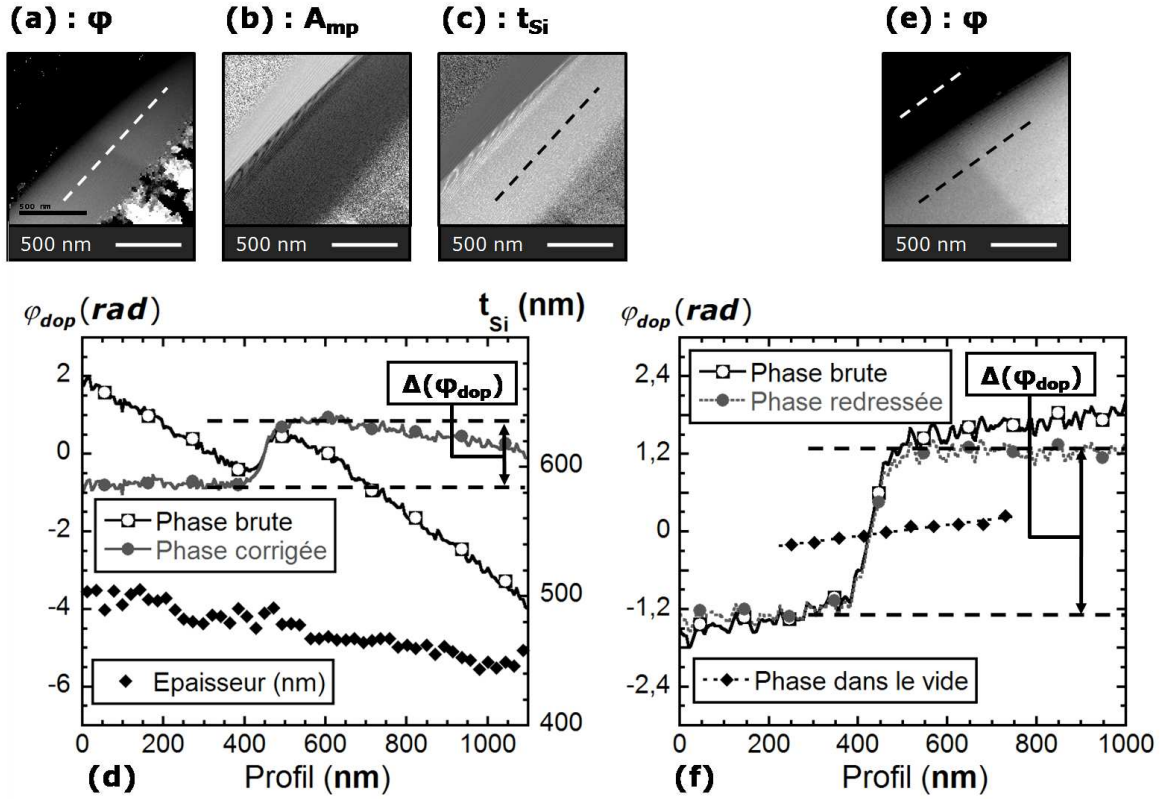
d'épaisseur  $\Delta t(x, y)$ . L'amplitude et la phase provenant d'un même hologramme, la variation de phase dépendante de l'épaisseur est

$$\Delta\varphi_{correc}(x, y) = C_E V_0 \Delta t(x, y). \quad (\text{III.7})$$

Pour cette correction, nous considérons que  $V_0 \gg V_{dop}$  et nous identifions généralement un profil d'épaisseur variable à une droite. Une fois le profil redressé, nous utilisons une valeur constante d'épaisseur, mesurée au niveau de la jonction, pour extraire le potentiel électrostatique de la mesure de phase. En effet, d'après la figure (III.13), la variation d'épaisseur (un écart de 3,4 nm pour une coupe latérale de 100 nm) est négligeable face à l'épaisseur totale de l'échantillon (480 nm).

Des erreurs de reconstruction ou un champ électrostatique dans le vide peuvent créer des changements de phase. Ces artefacts se manifestent au premier ordre par l'ajout sur l'ensemble de l'image de phase d'une pente 2D. Nous pouvons mesurer celle-ci dans le vide à côté de l'échantillon, comme illustré dans la figure (III.13)(e,f).

Grâce à ce protocole, nous avons extrait le saut de phase  $\Delta\varphi_{dop}$  d'échantillons préparés par FIB à 30 keV d'une jonction  $p$ - $n$  symétrique dopée à  $2 \times 10^{18}$  at.cm $^{-3}$ , figure (III.14)). La représentation du saut de phase en fonction de l'épaisseur totale des lamelles (mesurée par libre parcours moyen) met en évidence une couche inactive (185 nm). Cette couche inactive se compose d'une couche amorphe



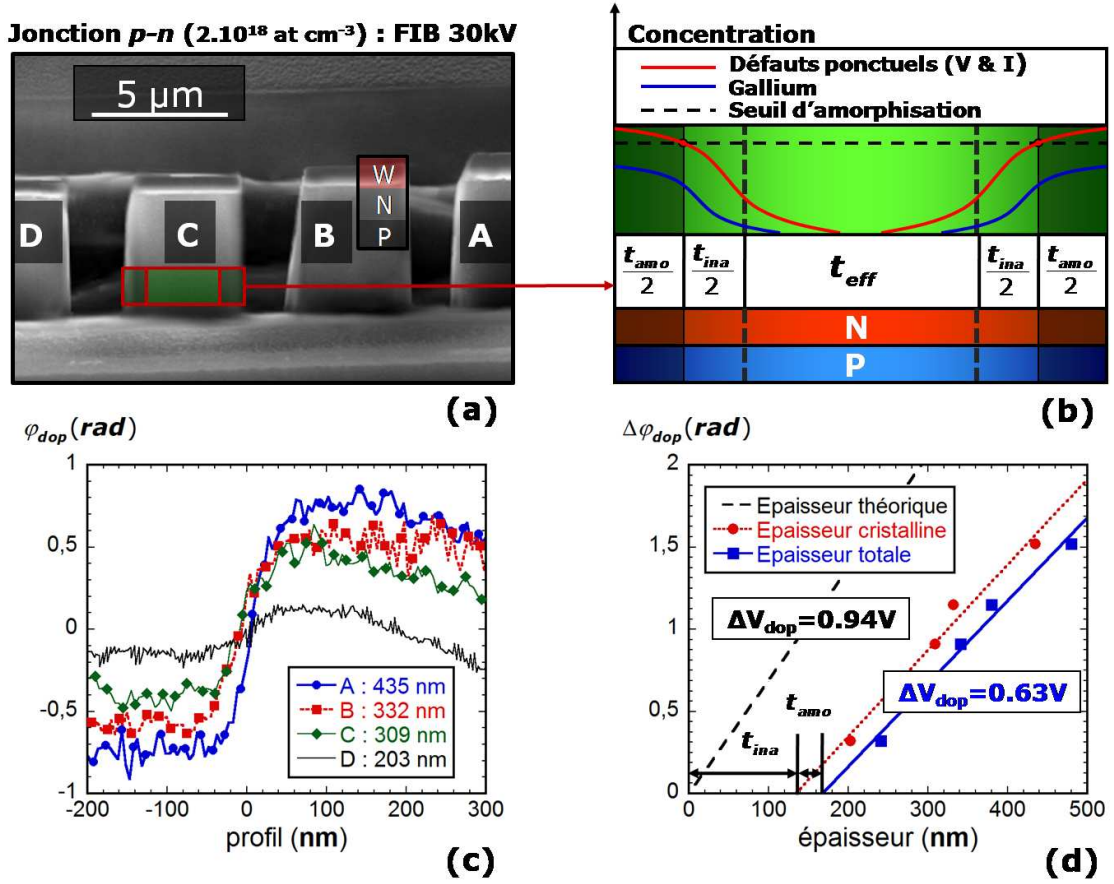
**FIGURE III.13** – Image de phase (a), d’amplitude (b), et épaisseur extraite de l’amplitude (c) d’une jonction  $p$ - $n$  symétrique (échantillon 2 :  $2 \cdot 10^{18}$  at  $\text{cm}^{-3}$ ) préparée par FIB à 30 keV. L’image de phase correspond à la figure (III.12)(c), avec un grandissement et une orientation différents après avoir subi un redressement de phase. Les faces de cet échantillon ne sont pas parallèles, une pente d’épaisseur significative se manifeste. L’image de phase (e) est extraite d’un autre échantillon (qui n’est pas représenté dans la figure (III.12)). Son épaisseur est constante, mais un champ électrostatique dans le vide introduit une pente de phase sur l’ensemble de l’image. Les profils représentés dans (d) sont extraits de (a,b,c). Les profils de (f) sont extraits de (e). La cartographie d’épaisseur (c) est extraite de l’image d’amplitude (b) avec  $\lambda_{lpm} = 130$  nm. En utilisant  $V_0 = 11,5$  V, nous pouvons corriger le profil de phase par une correction  $\Delta\varphi_{correc}$  dépendante des écarts  $\Delta t_{Si}$  d’épaisseur. La courbe redressée présente une asymétrie inattendue, imputée à des effets de charge dans le silicium, ou à une variation d’épaisseur non linéaire

( $t_{amo} = 45$  nm) et d’une couche inactive cristalline ( $t_{ina} = 140$  nm). Ces valeurs sont déduites de la représentation du saut de phase  $\Delta\varphi_{dop}$  avec l’épaisseur cristalline (mesurée par CBED) et l’épaisseur totale.

En considérant que l’épaisseur de la couche inactive cristalline et de la couche amorphe ne dépendent pas de l’épaisseur de l’échantillon, nous pouvons alors formuler un modèle, illustré dans la figure (III.14), dans lequel l’équation (II.17) devient :

$$\Delta(\varphi_{dop}) = C_E \Delta V_{dop} (t_{Si} - t_{amo} - t_{ina}) = C_E \Delta(V_{dop}) (t_{eff}). \quad (\text{III.8})$$

Nous mettons ainsi en évidence un saut de potentiel  $\Delta V_{dop} = 0,63$  V, sous-estimé par rapport à une valeur théorique  $\Delta V_{dop} = 0,94$  V (équation (II.26)). La couche inactive est généralement imputée aux défauts introduits par le FIB [65, 76, 75], ou à des charges surfaciques [83, 219, 220] la sous-estimation du potentiel est plus probablement due aux charges introduites par le faisceau du MET



**FIGURE III.14** – Image MEB (a) d'une jonction  $p-n$  ( $2 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ ) préparée par FIB à 30 keV, schéma de la formation des défauts dans une membrane préparée par FIB (b), complétant la figure (III.1), profils de phase de dopants  $\varphi_{dop}$  (c) correspondant à chacun des échantillons A, B, C, D, et graphique représentant le saut de phase  $\Delta\varphi_{dop}$  en fonction de l'épaisseur théorique, cristalline, et totale de l'échantillon (d). Ces données mettent en évidence la présence d'une couche inactive amorphe  $t_{amo} = 45 \text{ nm}$  et d'une couche inactive cristalline  $t_{ina} = 140 \text{ nm}$ . Ces résultats sont cohérents avec la littérature. Les couches inactives nuisent à une utilisation quantitative de l'holographie. Nous constatons également une sous-estimation du saut de potentiel interne :  $\Delta V_{dop} = 0,63 \text{ V}$  au lieu de  $\Delta V_{dop} = 0,94 \text{ V}$  (équation (II.26)).

[174, 221]. Dans la littérature, l'intensité du faisceau MET est un paramètre expérimental critique dans l'observation du GaAs [222, 223, 185, 224], il n'est donc pas exclu que le silicium présente des effets similaires.

Nous distinguons donc 3 sources potentielles d'anomalies dans l'observation par holographie électronique des potentiels de dopage :

- La génération de paires électron-trou sous l'influence du faisceau MET.
- L'accumulation de charges sur les parois de l'échantillon.
- L'influence des défauts cristallins proches des parois.

Les effets de la préparation d'échantillon sur la couche inactive cristalline  $t_{ina}$  et sur le potentiel mesuré dans l'approximation de l'équation (III.8) sont synthétisés en fin de ce chapitre dans le tableau (III.2). Le tableau compile nos propres données (FIB 30 keV, FIB 8 keV, tripode à grand angle) et des données extraites de la littérature (FIB+recuit à basse température).

### III.4 Etude des effets de charge sur échantillons préparés par tripode

Lorsqu'un faisceau d'électrons traverse un échantillon, il génère des paires électrons-trous [174], auxquelles nous ferons référence en tant que charges volumiques. A une tension d'accélération  $V = 200$  kV, dans le silicium, chaque électron incident produit environ une paire tous les 10 nm. Pour un faisceau de 3 nA illuminant une surface de  $1 \mu\text{m}^2$ , le taux de génération d'électrons  $G_n$  et de trous  $G_p$  [221] vaut :

$$G_n = G_p = 8,6 \cdot 10^{23} \text{ cm}^{-3} \text{ s}^{-1}. \quad (\text{III.9})$$

Les charges supplémentaires introduites pendant l'observation d'une jonction modifient à la fois les concentrations de porteurs ( $n$  et  $p$ ) et le potentiel interne  $V_{dop}$ .

Une partie des charges créées sont évacuées par les contacts de l'échantillon, créant un courant d'évacuation, mais il a également été mis en évidence que des charges s'accumulent au niveau des parois de l'échantillon. Les charges piégées sur les parois, auxquelles nous ferons référence en tant que charges surfaciques<sup>9</sup>, ont été observées expérimentalement dans la littérature, à l'interface entre le silicium cristallin et le silicium amorphe [219, 83]. L'oxyde de silicium est également connu pour piéger les charges créées par le faisceau MET [225, 79].

Dans un modèle complet de simulation des charges sous faisceau MET, dont une explication peut être trouvée dans la figure (III.15)(e), la situation est supposée à l'équilibre entre apport et évacuation des charges. Les charges créées par le MET qui ne sont pas évacuées par les contacts interagissent avec les parois. La surface d'un échantillon est composée de silicium amorphe riche en gallium dans le cas d'une préparation par FIB et d'oxyde natif dans le cas d'une préparation tripode. Cette couche a un travail de sortie différent du silicium et crée une courbure de bande dans le silicium par l'alignement des niveaux de Fermi. Nous supposons que le champ généré agit sur les électrons et les force à s'accumuler dans le silicium près de l'interface.

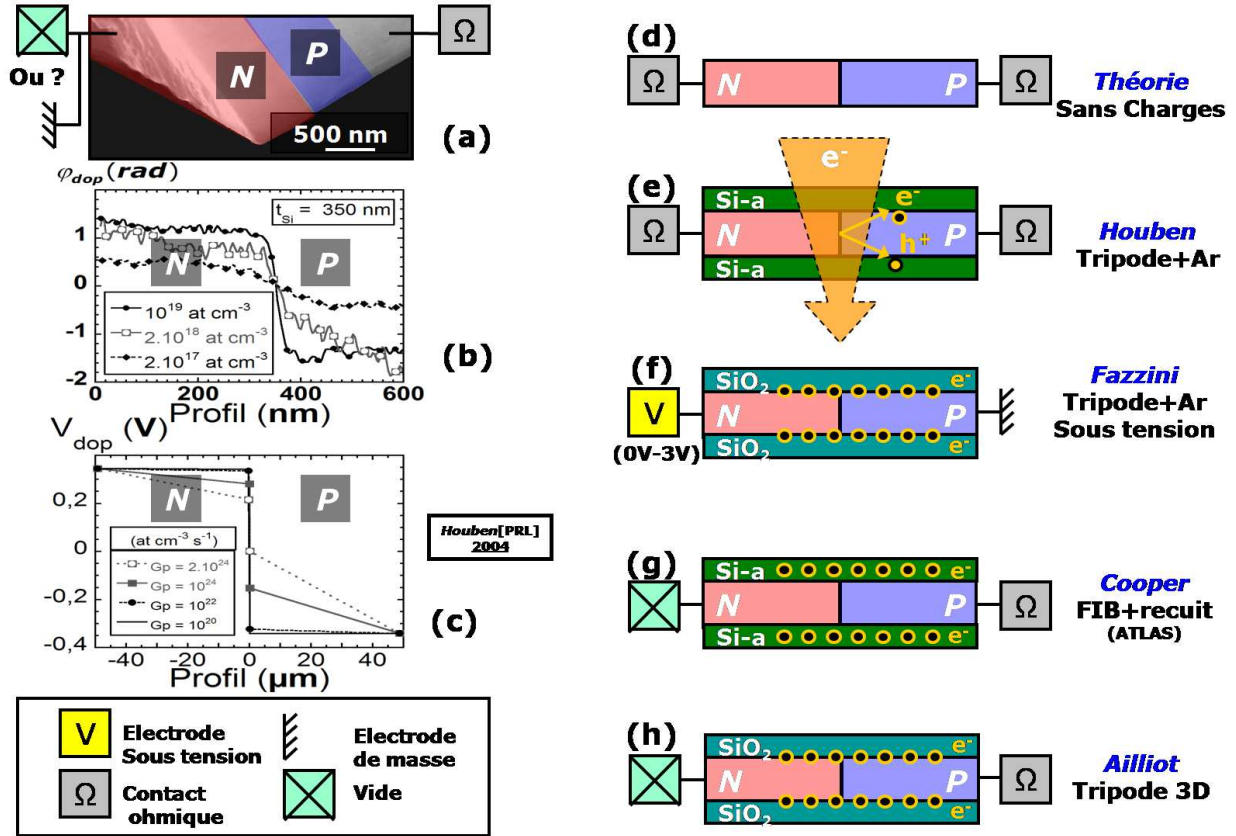
Les charges accumulées à l'interface représentant le bilan entre un apport de charges créées par MET et une évacuation par les contacts. Cet équilibre dynamique est modélisé par une hétérojonction entre le silicium et les matériaux proches des parois. Une autre solution, également pertinente, est de fixer la concentration d'électrons, coté silicium de l'interface, comme condition aux limites.

Dans la figure (III.15), nous avons comparé les hypothèses de notre modèle de simulation de l'effet du MET avec celles de la littérature [221, 83, 219, 220]. Tous les modèles existants reconstruisent le potentiel à partir de la répartition du dopage par résolution de l'équation de Poisson et des équations de diffusion des porteurs (voir le chapitre II, section 1). Nous avons utilisé à cette fin le logiciel *ATLAS* [226] de *SILVACO*.

---

9. Il s'agit d'un abus de langage : dans de nombreux modèles, les charges 'surfaciques' sont représentées par une répartition volumique de charges dans une couche amorphe épaisse.





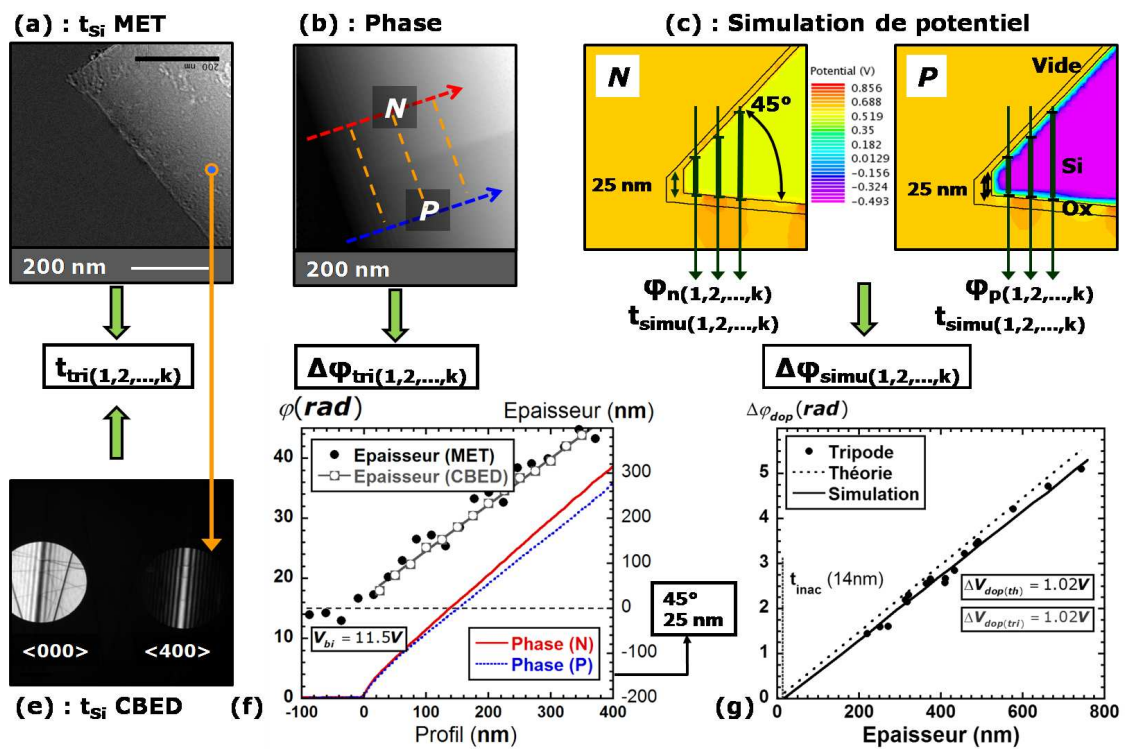
**FIGURE III.15** – Situation de notre modèle de simulation de charges MET par rapport à l'état de l'art. D'un point de vue expérimental, nos échantillons sont des biseaux de silicium cristallin préparés par tripode à grand angle, présentant une couche  $< 4$  nm d'oxyde natif (a). Les profils de phase à travers la jonction sont mesurés par holographie. Différents modèles de prise en compte des charges, appliqués à différents échantillons, sont illustrés d'après la littérature : le modèle théorique sans charges [161] (d), un modèle avec génération des charges volumiques dans un échantillon préparé par tripode puis amincissement ionique [221] (e), un modèle avec charges surfaciques d'une jonction sous tension préparée par tripode puis amincissement ionique [219, 220] (f), un modèle avec charges surfaciques d'une jonction préparée par FIB puis recuit supprimant les défauts ponctuels [83] (g) et enfin, le modèle que nous avons utilisé, avec charges surfaciques d'une jonction préparée par tripode uniquement (h). Le modèle le plus avancé de simulation du MET [221] prend en compte la génération de paires électrons-trous par le faisceau (c, e) et permet d'expliquer la dissymétrie des profils de potentiel. Il est très sensible aux paramètres comme le taux de génération de charges par le faisceau MET et la nature des contacts. Le contact ohmique correspond à une connexion au substrat par un matériau semi-conducteur avec des conditions aux limites de Dirichlet. La connexion de l'échantillon à un métal (mise sous tension ou résine conductrice) se manifeste par une électrode de masse, ou un potentiel fixe. Lors de nos expériences, le côté  $n$  de la jonction est en contact avec une résine conductrice non uniforme. Le contact est soit à la masse (résine), soit dans le vide.



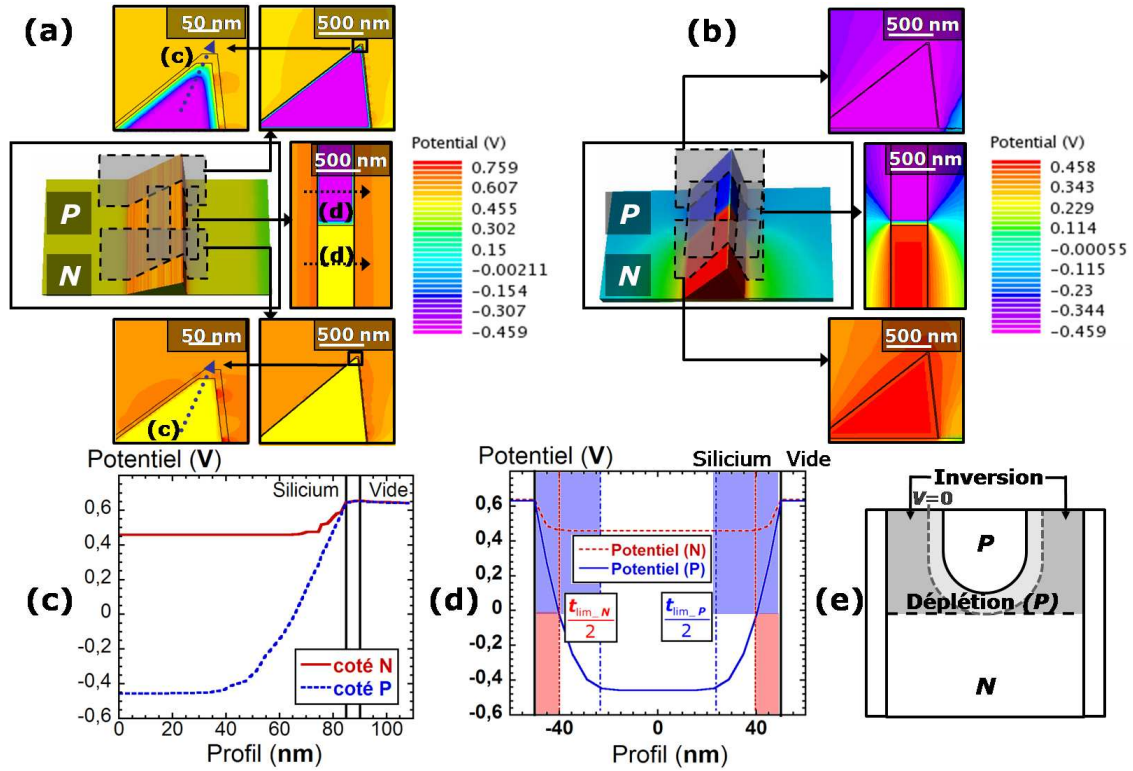
Le modèle le plus avancé [221], prenant en compte directement la génération de charges par le MET, est difficile à calibrer. Comme illustré dans la figure (III.15)(c), le potentiel simulé est extrêmement variable selon la valeur des taux de génération des charges par le faisceau (qui ne sont pas connus précisément). La nature des contacts est également importante pour déterminer les courants d'évacuation et l'accumulation de charges à l'équilibre. Nous avons donc choisi un modèle plus simple, fixant les conditions aux limites pour les parois. En prenant cette alternative, nous renonçons à prendre en compte les effets des charges volumiques (au cœur du silicium) et nous attachons à interpréter l'influence des charges surfaciques.

Notre échantillon est un biseau de silicium cristallin sur lequel se trouve une couche d'oxyde natif  $< 4 \text{ nm}$  [227]. La jonction est située comme indiqué dans la figure (III.16)(b). Nous modélisons l'effet du MET par une condition aux limites de répartition surfacique d'électrons (figure (III.15)(h)). La nature des contacts (dans notre cas un contact ohmique côté  $p$  et le vide côté  $n$ ) influence peu cette simulation statique.

Nous avons utilisé un substrat avec des jonctions symétriques dopées à  $2 \times 10^{17} \text{ at.cm}^{-3}$ ,  $2 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$ , ou  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$  (figure (III.9)) préparés par tripode à grand angle, pour mettre en



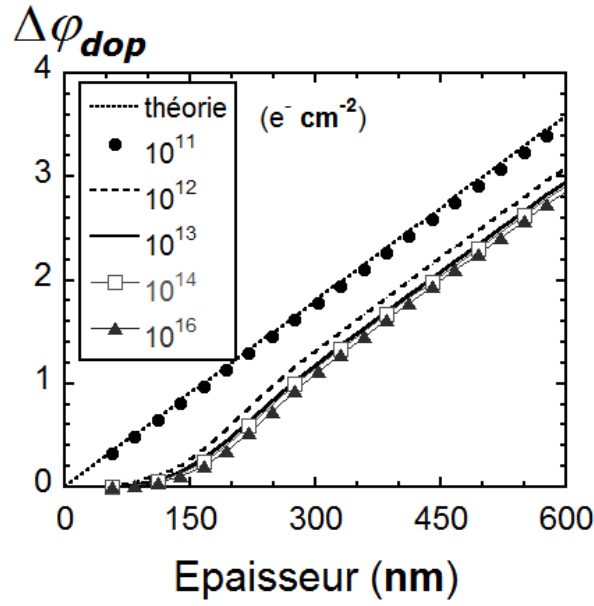
**FIGURE III.16** – Stratégie d'analyse et de comparaison à la simulation des biseaux préparés par tripode. Le MET en champ clair (a) et les clichés CBED (e) permettent de calculer l'épaisseur de l'échantillon. Les valeurs sont quasiment confondues, comme illustré dans (f), ce qui prouve que notre échantillon est cristallin. Les profils de phase côté  $n$  et  $p$  représentent également la variation d'épaisseur du biseau (f) et mettent en évidence un arrondi en bord de biseau que nous modélisons par un plateau de 25 nm. La forme du biseau est implémentée en 3D dans un modèle de simulation avec charges surfaciques. Des sections du potentiel électrostatique (c) reproduisent l'évolution de la phase. La représentation du saut de phase en fonction de l'épaisseur pour le modèle avec charges (c) coïncide avec l'observation (b) pour une jonction dopée à  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$ , comme le montre le graphe (g).



**FIGURE III.17** – Cartographie de potentiel simulée sur un biseau de jonction symétrique dopée à  $2 \times 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$  avec une charge surfacique de  $5 \times 10^{13} \text{ at.cm}^{-2}$  (a) et sans charges (b). (c) est un profil de potentiel latéral et (d) un profil de potentiel selon le sens du faisceau dans le biseau chargé. Pour des raisons de clarté, (d) est pris sur une section de 100 nm. La quantité de charges surfaciques choisie est la plus faible permettant de supprimer le champ dans le vide (selon les simulations) et est utilisée dans la littérature pour des cas similaires [219]. Le potentiel dans le matériau est courbé par la proximité des charges surfaciques. Cet effet intervient latéralement (c) et en profondeur (d). Nous pouvons modéliser cet effet par une profondeur d'influence des charges surfaciques  $t_{lim}$ . Le dopage  $p$  est plus sensible à l'accumulation des électrons que les zones de dopage  $n$  ayant le même porteur majoritaire. Il se crée une zone de déplétion, puis d'inversion près des interfaces de l'échantillon (e).

évidence les effets de charge en absence de défauts ioniques. L'épaisseur des échantillons est extraite d'images MET en champ clair et de clichés CBED. Nous en déduisons la cartographie d'épaisseur de l'échantillon grâce à une méthode illustrée dans la figure (III.16). Les cartographies de potentiel et d'épaisseur permettent de mesurer la phase holographique en utilisant l'équation (II.17) dans le silicium, comme illustré dans la figure (III.16)(c).

Comme illustré dans la figure (III.17)(b), en absence de charges surfaciques, un potentiel caractéristique de la jonction se forme dans le vide. Il a été observé dans la littérature, en holographie, uniquement sur des échantillons fortement dopés et préparés par clivage [228, 229]. Ce potentiel n'a jamais été observé lors de nos travaux, que ce soit sur des échantillons préparés par FIB ou par tri-pode. Il se forme donc une accumulation surfacique de charges qui agit comme une cage de Faraday autour de la jonction, ne laissant qu'un champ constant dans le vide (Le champ est constant dans les simulations, mais dans la pratique, nous observons une pente de phase rémanente).

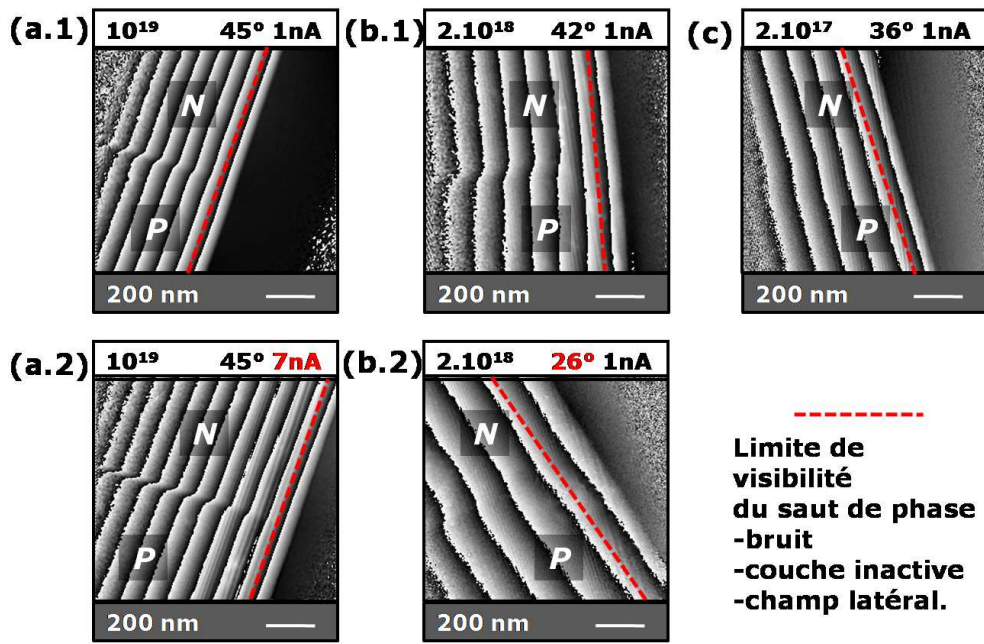


**FIGURE III.18** – Représentation du saut de phase  $\Delta\varphi_{dop}$  en fonction de l'épaisseur, pour une jonction symétrique dopée à  $2 \cdot 10^{17}$  at.cm<sup>-3</sup>. Les différentes courbes proviennent de simulations à différentes valeurs de charge surfacique. Pour des charges  $> 10^{13}$  e<sup>-</sup>.cm<sup>-2</sup>, les variations de phase sont négligeables.

Une concentration surfacique de  $5 \times 10^{13}$  e<sup>-</sup>.cm<sup>-2</sup> électrons, déjà utilisée dans [83, 219], est la valeur minimale permettant de simuler un potentiel constant dans le vide (figure (III.17)(a)). Cette valeur constitue une borne inférieure à la charge surfacique réelle : même sur les concentrations de dopants les plus sensibles ( $10^{17}$  at.cm<sup>-3</sup>), une augmentation de plusieurs ordres de grandeurs ne provoque pas de modification notable dans le saut de phase (figure (III.18)), le modèle est donc robuste malgré les imprécisions sur l'estimation de la concentration limite des charges.

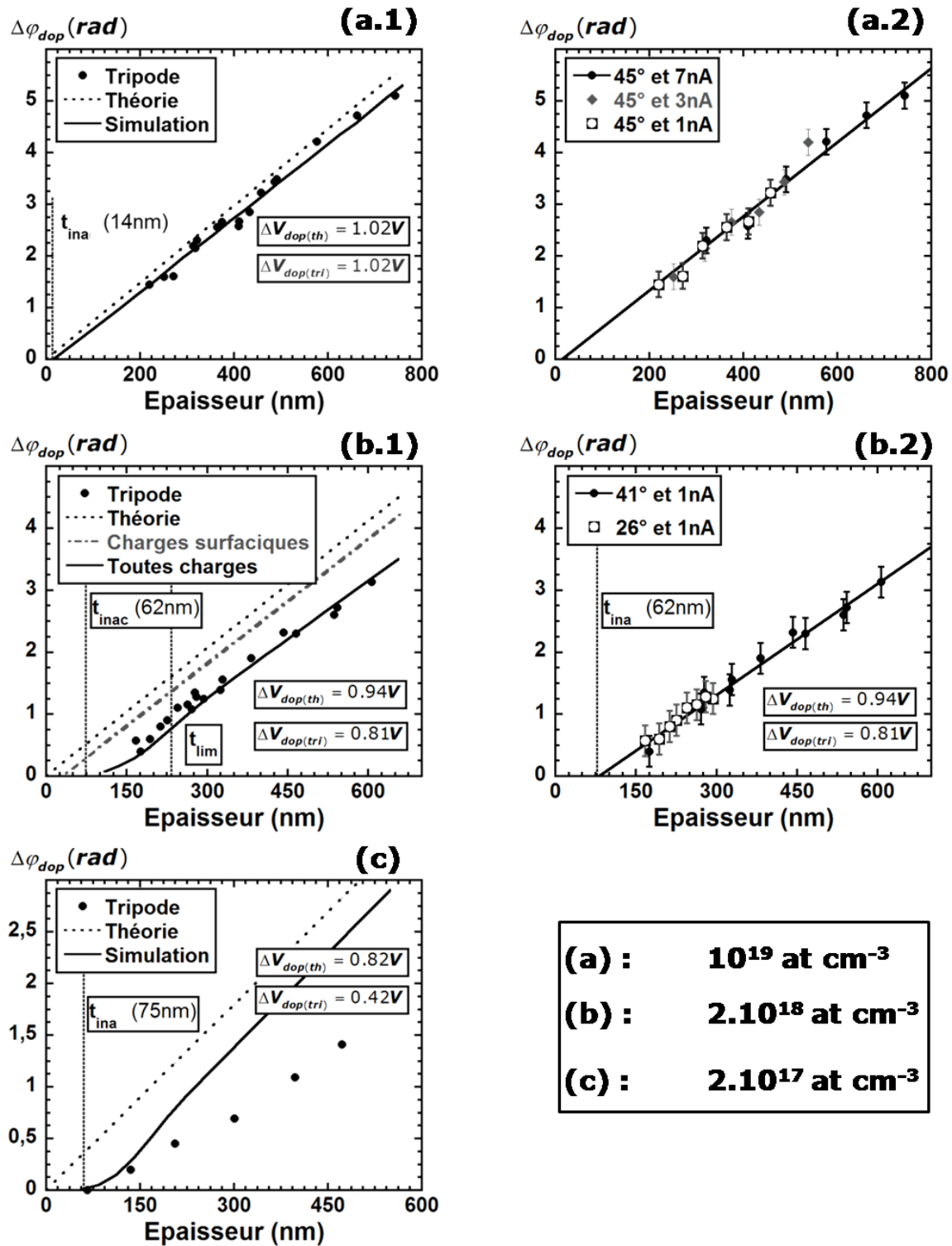
Les charges surfaciques introduisent une courbure de potentiel sur une profondeur  $t_{lim}$  représentée dans la figure (III.17)(d) et la figure (III.18).  $t_{lim}$  diffère selon le côté de la jonction ( $t_{lim}(n) < t_{lim}(p)$ ) et la concentration du dopage. Le côté  $p$  d'une jonction est plus sensible à l'accumulation surfacique de charges : comme illustré dans la figure (III.17)(e), le potentiel indique la formation d'abord d'une zone de déplétion de la zone  $p$  ( $V \simeq 0$ ), puis une inversion de la population de porteurs majoritaires ( $V \gg 0$ ). Par convention, dans une jonction,  $t_{lim}$  est la valeur maximale entre  $t_{lim}(n)$  et  $t_{lim}(p)$ . Les charges se manifestent sur le saut de potentiel par une couche inactive  $t_{ina}$ , correspondant à l'intégrale des effets de charge sur l'épaisseur de l'échantillon. Nous retrouvons cette couche inactive par l'abscisse à l'origine d'une courbe linéaire de phase-épaisseur tracée pour des valeurs d'épaisseur au dessus de  $t_{lim}$  (figure (III.18)). La couche inactive n'a de sens que pour une jonction complète et des épaisseurs supérieures à la profondeur limite  $t_{lim}$ . En effet, nous ne pouvons pas décrire  $t_{ina}$  pour un seul des côtés de la jonction. Pour des épaisseurs en dessous de  $t_{lim}$ , les zones d'influence des charges se rejoignent et les potentiels sont trop perturbés pour reproduire le comportement de la jonction (voir les courbes en dessous de  $t_{lim}$  dans la figure (III.18)).

Les charges surfaciques se manifestent également latéralement (figure (III.17)(c)). Avec les effets du bruit de phase et du seuil de détection de l'holographie, les effets de charge créent une largeur inactive au bord de l'échantillon (voir figure (III.19)).



**FIGURE III.19** – Images de phase de jonctions  $p$ - $n$  symétriques réalisées par tripode avec différents dopages ( $10^{19}$  at.cm $^{-3}$  : (a.\*),  $2 \cdot 10^{18}$  at.cm $^{-3}$  : (b.\*), et  $2 \cdot 10^{17}$  at.cm $^{-3}$  (c)) (voir les SIMS dans la figure (III.9)). (a.1) et (a.2) représentent le même échantillon avec des intensités de faisceau différentes. (b.1) et (b.2) représentent la même jonction avec des angles de biseau différents. Sur le bord de chaque échantillon, nous constatons la présence d'une zone où le contraste de dopage n'est pas visible. Cette zone correspond aux effets de charges latéraux illustrés dans la figure (III.17), au seuil de détection de l'holographie (l'épaisseur est inférieure à 100 nm) et au bruit de mesure.

Notre modèle ne prend pas en compte les effets de charge au cœur du silicium. Le potentiel électrostatique est altéré de deux manières par les charges volumiques : le saut de potentiel dans la jonction est réduit et une pente de potentiel est introduite dans les zones éloignées de la jonction [221]. Comme l'illustre la figure (III.15)(b, c), les courbes de potentiel de chaque côté de la jonction (où le dopage est constant) ne sont pas parallèles. Les zones dopées  $p$  sont plus sensibles aux effets de charge que les zones de type  $n$ , car les charges s'accumulent dans le silicium sont des électrons. Ces effets de charge dans le volume sont modélisés par un abaissement empirique de la concentration de dopants  $p$ , reproduisant la diminution du potentiel électrostatique.



**FIGURE III.20** – Diagrammes phase-épaisseur tirés des observations par holographie électronique et des simulations des jonctions tripodes sur des jonctions symétriques dopées à  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$  (a),  $2 \cdot 10^{18} \text{ at.cm}^{-3}$  (b), et  $2 \cdot 10^{17} \text{ at.cm}^{-3}$  (c). L'échantillon fortement dopé forme un biseau de  $45^\circ$  qui a été observé à une intensité variable entre 1 et 7 nA. Deux biseaux, à  $26^\circ$  et  $42^\circ$  ont été formés avec la jonction moyennement dopée. L'échantillon faiblement dopé est un biseau de  $36^\circ$ . L'intensité d'observation par défaut vaut 1 nA.

A partir des images de phases de la figure (III.19), nous avons tracé dans la figure (III.20) les courbes <phase-épaisseur> pour nos différents échantillons. Nous avons également représenté sur les mêmes diagrammes le résultat de nos simulations avec le modèle décrit précédemment.

Nous constatons l'existence d'une couche inactive sur chacun des échantillons. Cette couche dépend de la concentration de dopants. Elle est d'autant plus faible que le dopage de la jonction est important (consulter le tableau (III.2) en fin de chapitre pour une description exhaustive). Un fort dopage garantit une concentration initiale importante de porteurs ( $e^-$  et  $h^+$ ) masquant le champ électrostatique créé par les charges surfaciques. La pente <phase-épaisseur> représentative du saut de potentiel  $\Delta V_{dop}$  est sous-estimée par l'holographie car l'introduction de charges volumiques perturbe la concentration des porteurs dans la jonction.

Pour l'échantillon fortement dopé ( $N_a = N_d = 10^{19}$  at.cm $^{-3}$ ), l'effet des charges volumiques est négligeable et l'effet des charges surfaciques est prépondérant. Le potentiel mesuré par la pente <phase-épaisseur> sur l'échantillon correspond à celui attendu par la théorie. Les profils de potentiels dans les zones de dopage uniforme  $n$  et  $p$  sont invariants. Une faible couche inactive de 14 nm est le seul obstacle à une caractérisation quantitative (figure (III.20)(a.1)).

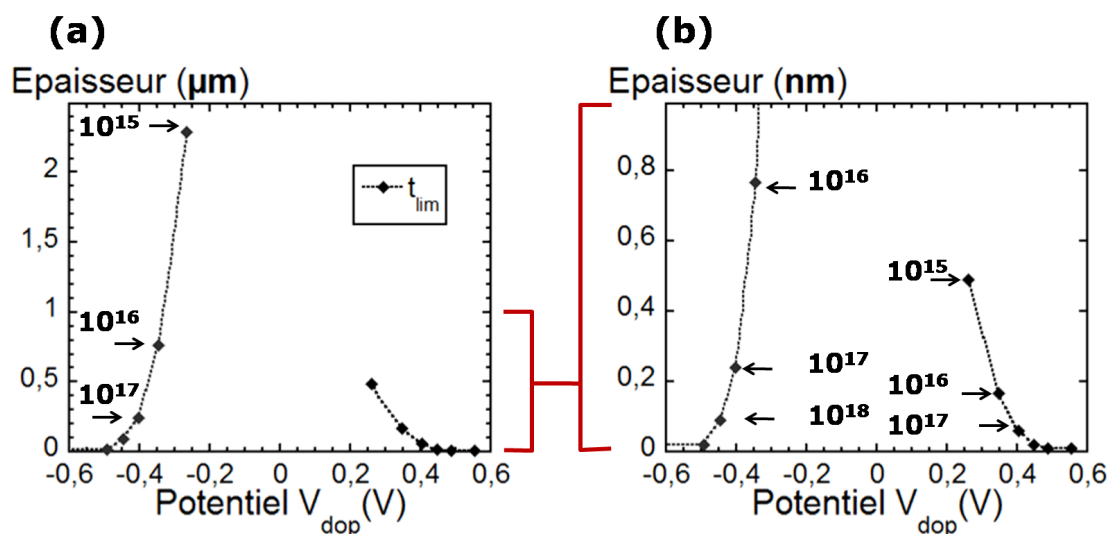
De plus nous avons pu estimer que l'effet de l'intensité du faisceau était nul pour les échantillons de fort dopage (figure (III.20)(a.2)). En dessous d'une intensité de faisceau de 3 nA par  $\mu\text{m}^2$ , l'effet du faisceau est constant dans tous les échantillons. En effet les charges volumiques créées dépendent linéairement de l'intensité du faisceau. L'absence d'effet indique qu'un état d'équilibre est établi entre création, accumulation aux interfaces et évacuation des charges.

Pour l'échantillon moyennement dopé ( $N_a = N_d = 2 \times 10^{18}$  at.cm $^{-3}$ , figure (III.9)), nous observons des effets volumiques en plus des effets surfaciques. La pente de phase expérimentale est plus faible que la pente théorique (90% de  $\Delta\varphi_{dop_{th}}$ ). Pour simuler les données de l'holographie, nous avons utilisé un dopage effectif de  $10^{17}$  at.cm $^{-3}$  au lieu de  $2 \times 10^{18}$  at.cm $^{-3}$  pour le côté  $p$  de la jonction. Ce modèle permet de correspondre à la fois à l'estimation de la couche inactive et de la pente de phase expérimentales, pour des épaisseurs supérieures à l'épaisseur limite  $t_{lim}$ . Pour des épaisseurs plus faibles, une simulation conjointe des effets de charge volumiques et surfaciques est nécessaire pour refléter le potentiel de l'échantillon.

Comme illustré dans la figure (III.19), nous avons pu sur cet échantillon juger de l'influence de la géométrie du biseau sur nos résultats. Pour des angles de biseau de  $26^\circ$  et  $42^\circ$ , l'estimation des rapports phases-épaisseurs est comparable. Notre description du biseau est donc correcte : en dehors du champ créé par l'arête du biseau, le saut de phase ne dépend que de l'épaisseur locale du biseau.

L'effet des charges volumiques se retrouve au niveau du potentiel mesuré sur l'échantillon faiblement dopé ( $2 \times 10^{17}$  at.cm $^{-3}$ , figure (III.9)). La pente de phase est réduite de 50% par rapport à la théorie. Les charges volumiques ont donc un effet prépondérant sur les faibles dopages. Pour les faibles dopages, nous n'avons pas pu simuler correctement le profil de phase en réduisant le dopage sur le côté  $p$  de la jonction. Il est donc nécessaire d'utiliser un modèle dynamique de simulation prenant en compte à la fois les charges volumiques et surfaciques.

Grâce à l'observation par holographie électronique d'échantillons préparés par tripode à grand angle sans amincissement ionique, nous avons pu déterminer l'influence des charges surfaciques situées à l'interface entre l'oxyde natif et le silicium sur la mesure quantitative du potentiel. Il se



**FIGURE III.21** – Représentation de l'épaisseur limite  $t_{lim}$  et de l'épaisseur inactive  $t_{ina}$  en fonction du potentiel du côté  $n$  ou  $p$  d'une jonction. La courbe (b) est un agrandissement de la courbe (a). Les potentiels théoriques sont trouvés par une simulation de jonctions symétriques sans charges, avec des concentrations de dopants variant entre  $10^{16}$  at  $\text{cm}^{-3}$  et  $10^{20}$  at  $\text{cm}^{-3}$ . L'épaisseur limite représente la distance d'influence des charges surfaciques, comme illustré dans la figure (III.17). Elle est inversement proportionnelle au potentiel de dopants et constitue une bonne indication de l'épaisseur minimale nécessaire à la détection d'un niveau de dopage. L'épaisseur inactive est définie pour une jonction complète. Il s'agit d'une représentation des courbures de bande introduites par les charges surfaciques.  $t_{ina}$  se mesure par l'abscisse à l'origine de l'interpolation linéaire de la courbe du saut de phase en fonction de l'épaisseur, pour des épaisseurs  $> t_{lim}$ .

forme une couche inactive de charge, variable avec le dopage. L'épaisseur de la couche inactive peut être estimée précisément par une simulation de charges surfaciques. Pour des niveaux de dopage supérieurs à  $10^{19}$  at. $\text{cm}^{-3}$ , cette couche inactive est négligeable.

Le faisceau introduit également des charges volumiques qui modifient le potentiel mesuré. Ces effets se manifestent pour des dopages inférieurs à  $10^{19}$  at. $\text{cm}^{-3}$ . Comme illustré par la figure (III.21), l'épaisseur adaptée à la mesure d'un faible niveau de dopage ( $< 10^{16}$  at. $\text{cm}^{-3}$ , dopage  $p$ ) est  $> 1 \mu\text{m}$ . Or, à cette épaisseur, l'échantillon de silicium est opaque aux électrons. Pourtant différents traitements de surface sont possibles pour réduire les effets de charge et une utilisation optimum de l'holographie.

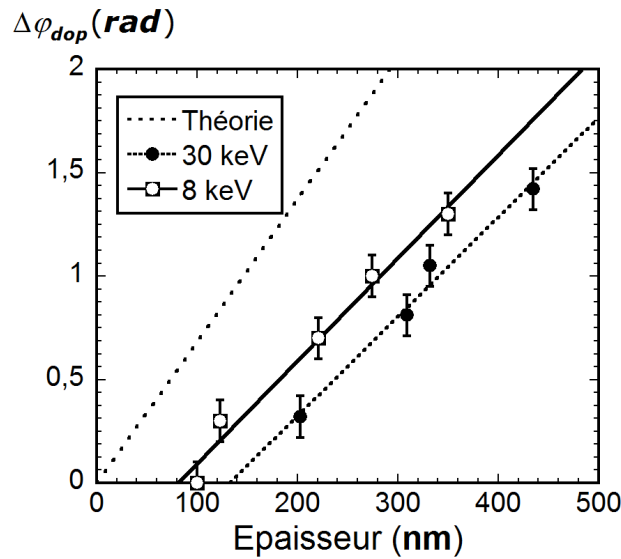
Dans la pratique, la préparation tripode est complétée d'une abrasion ionique. Les impacts ioniques introduisent des défauts ponctuels et une modification physique des parois. Notamment, des effets de charge différents sont à étudier précisément, comme nous le détaillons dans la prochaine section.

### III.5 Influence des défauts ponctuels surfaciques en holographie

Lors de l'abrasion ionique, chaque ion incident provoque une cascade de collisions impliquant les atomes de la matrice introduisant des défauts ponctuels. En holographie, ces défauts ponctuels contribuent, avec les effets de charge, à la formation d'une couche inactive cristalline  $t_{ina}$ . D'après l'équation (III.8) :

$$\Delta(\varphi_{dop}) = C_E \Delta(V_{dop})(t_{Si} - t_{amo} - t_{ina}) = C_E \Delta(V_{dop})(t_{eff}).$$

Où  $t_{amo}$  est l'épaisseur de la couche amorphe créée par les ions.

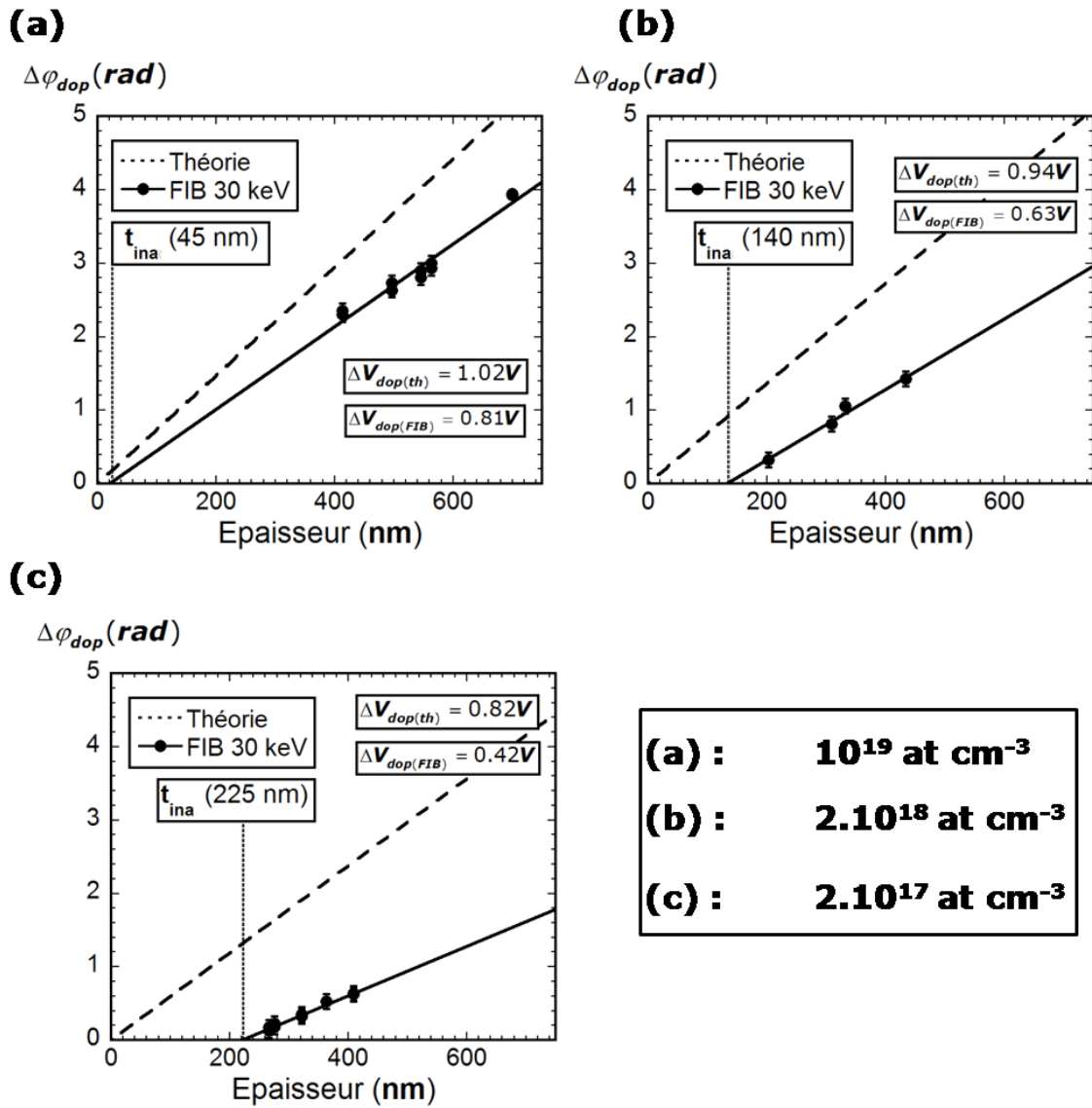


**FIGURE III.22** – Diagramme <phase-épaisseur> d'une jonction symétrique dopée à  $2 \times 10^{18}$  at  $\text{cm}^{-3}$  préparée par FIB à 30 keV et à 8 keV. L'épaisseur représentée est mesurée par CBED et ignore l'épaisseur de silicium amorphe. La préparation à énergie faible (8 keV) réduit la couche inactive de l'échantillon. Le saut de potentiel mesuré grâce à la pente est constant, signe que les défauts ponctuels sont un phénomène surfacique.

Une énergie de faisceau ionique faible (8 keV ou 5 keV) est généralement utilisée en fin de préparation FIB afin de minimiser le bruit, l'épaisseur amorphe, et dans le cas de l'holographie l'épaisseur inactive de l'échantillon [76, 197]. Les ions sont moins profondément implantés à faible énergie. Dans la figure (III.22), nous avons représenté l'évolution du diagramme <phase-épaisseur> pour la jonction moyennement dopée ( $2 \times 10^{18}$  at  $\text{cm}^{-3}$ , figure (III.9)). Le saut de potentiel  $\Delta V_{dop}$  varie peu en fonction de l'énergie du FIB (nous trouvons 0,63 V à 30 keV et 0,65 V à 8 keV), les défauts ponctuels ont donc un effet surfacique et non volumique. L'effet de défauts ponctuels est donc similaire aux effets de charge surfacique et provoque une désactivation des dopants.

L'épaisseur inactive  $t_{ina}$  a été étudiée sur tous les échantillons analysés. Nous avons travaillé à une énergie ionique de 30 keV afin de mettre en évidence les artefacts liés au FIB. Nous avons utilisé un courant de faisceau électronique faible ( $< 3$  nA sur une zone de  $1 \mu\text{m}^2$ ), pour assurer la reproductibilité des mesures.





**FIGURE III.23** – Diagrammes <phase-épaisseur> de jonctions symétriques dopées à  $10^{19} \text{ at cm}^{-3}$  (a),  $2 \times 10^{18} \text{ at cm}^{-3}$  (b), et  $2 \times 10^{17} \text{ at cm}^{-3}$  (c) préparées par FIB à 30 keV. Les épaisseurs de couche inactive sont reproduites dans la figure (III.24). La couche cristalline inactive est variable en fonction du dopage de chaque jonction. Les forts dopages sont moins influencés par les défauts ponctuels. De même, le saut de potentiel est réduit vis à vis de la théorie. Plus le dopage est important, plus la baisse de potentiel relative est importante.

Comme détaillé dans le tableau (III.2) à la fin de ce chapitre et illustré dans la figure (III.23), où nous avons représenté les diagrammes <phase-épaisseur> pour les différentes jonctions, l'épaisseur de la couche inactive est inversement proportionnel au niveau de dopage. Ainsi, l'évaluation du potentiel électrostatique et le niveau de dopage sont difficiles dans un dispositif réel. Le dopage agit sur la mesure et sur la couche cristalline inactive de l'échantillon. L'évolution de la couche inactive induite par FIB est similaire au comportement observé pour la préparation tripode. Nous en déduisons que les variations d'épaisseur inactive sont dues aux charges surfaciques et sont aggravées par les défauts ponctuels des traitements ioniques.

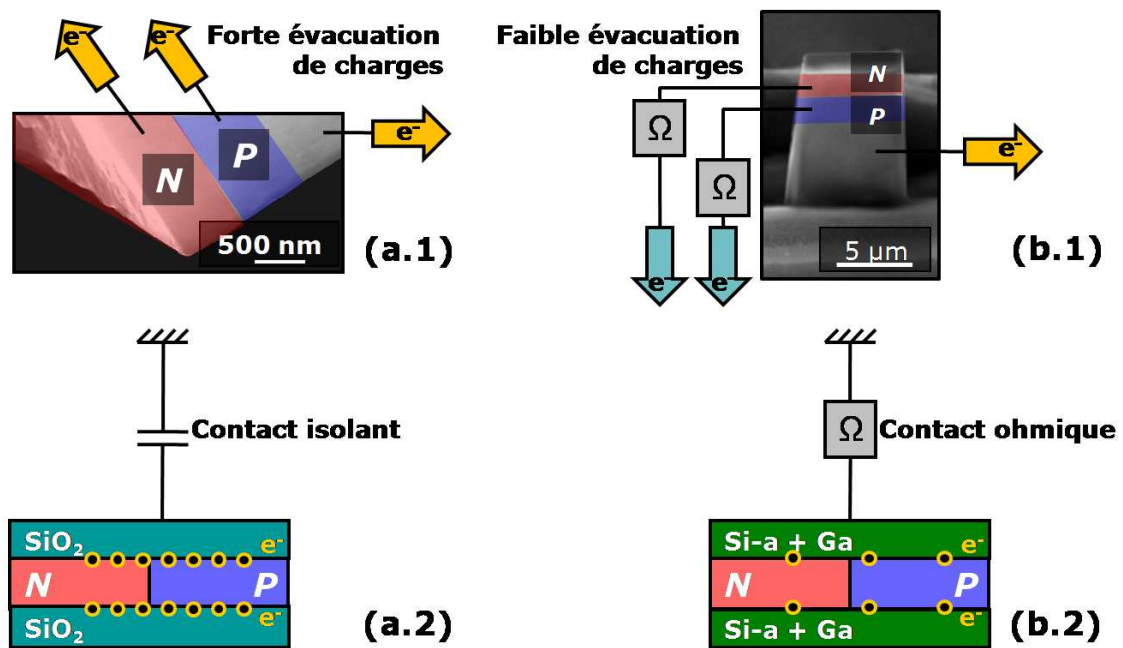
### III.6 Conclusion : perspectives d'application de l'holographie aux transistors sur film

Dans le silicium, le potentiel moyen interne est constitué d'une valeur intrinsèque ( $V_0 = 11,5$  V) et d'un potentiel de dopants  $V_{dop}$ , que nous avons identifié au potentiel de Fermi intrinsèque :

$$V_{dop} = V_{fi} = \frac{E_{fi} - E_f}{e}$$

Nous définissons ainsi un saut de phase en fonction de l'épaisseur  $t_{Si}$  :

$$\varphi_{dop} = C_E \times V_{dop} \times t_{Si}.$$



**FIGURE III.24** – Images MEB (a.1),(b.1) et schéma de contact (a.2),(b.2) d'échantillons préparés par tripode (a) et par FIB (b). L'échantillon tripode étant taillé dans le substrat, il bénéficie de contacts de prédilection pour évacuer les charges volumiques. L'oxyde natif est néanmoins un piège à électrons plus efficace que l'amorphe. L'échantillon FIB n'est connecté au substrat que par une couche d'amorphe riche en gallium. Il se crée donc une zone de surcharge volumique qui explique les différences de potentiel mesurées entre échantillons FIB et tripode. Au niveau des parois, par contre, l'interface entre le silicium amorphe et le cristal crée moins de pièges que l'oxyde natif, les effets surfaciques de charges sont donc moins importants en absence de défauts ponctuels (voir le tableau (III.2)).

Cette relation est théorique : que les échantillons soient préparés par FIB ou par tripode, la représentation de la phase en fonction de l'épaisseur de l'échantillon fait apparaître des couches inactives aux parois et induit une sous-estimation du potentiel mesuré. La sous-estimation du potentiel est due à l'équilibre entre la génération de charges induites par le faisceau MET [174] et leur évacuation par les contacts [221]. Cet état est difficile à reproduire par simulation, c'est pourquoi nous avons utilisé des modèles simplifiés d'accumulation de charges aux parois et des effets électrostatiques de surface.

Sur les biseaux tripode, nous observons des charges surfaciques dont l'influence croît dans les échantillons de faible dopage. Dans les échantillons de fort dopage, la concentration de porteurs dans la jonction masque l'effet des charges accumulées aux parois et la mesure est moins sensible. De même, le côté  $p$  d'une jonction est plus sensible que le côté  $n$  car l'accumulation d'électrons à l'interface crée une zone de déplétion, puis d'inversion des porteurs majoritaires  $p$  en se rapprochant de la surface. L'accumulation des électrons équivaut à une charge surfacique d'au moins  $10^{13} \text{ at.cm}^{-2}$ , quantité nécessaire pour l'annulation du champ électrostatique produit par la jonction dans le vide.

Les charges surfaciques ont une zone d'influence  $t_{lim}$ , qui est une bonne estimation de l'épaisseur d'échantillon minimale nécessaire à la détection du niveau de dopage. En intégrant la courbure du potentiel sur la distance  $t_{lim}$ , une épaisseur inactive de phase  $t_{ina}$  est mise en évidence, réduisant d'autant la sensibilité de la mesure.

#### Épaisseur de la couche inactive cristalline $t_{ina}$

Conditions	$2 \cdot 10^{17} \text{ at cm}^{-3}$	$2 \cdot 10^{18} \text{ at cm}^{-3}$	$10^{19} \text{ at cm}^{-3}$
Théorie	0 nm	0 nm	0 nm
FIB 30 keV	225 nm	140 nm	45 nm
FIB 8 keV		75 nm	
Recuit 350°, 30 min	85 nm [83]	10 nm [83]	5 nm [83]
Tripode grand angle	75 nm	62 nm	14 nm

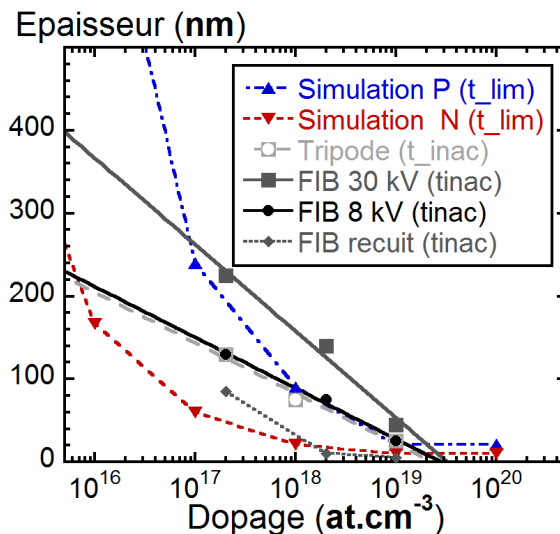
#### Différence de potentiel du dopage $\Delta V_{dop}$

Conditions	$2 \cdot 10^{17} \text{ at cm}^{-3}$	$2 \cdot 10^{18} \text{ at cm}^{-3}$	$10^{19} \text{ at cm}^{-3}$
Théorie	0,82 V	0,94 V	1,02 V
FIB 30 keV	0,42 V	0,63 V	0,81 V
FIB 8 keV		0,65 V	
Recuit 350°, 30 min	0,42 V [83]	0,64 V [83]	0,81 V [83]
Tripode grand angle	0,42 V	0,89 V	1,03 V

**TABLE III.2** – Résumé de la taille des couches inactives et des potentiels mesurés par holographie en fonction des différentes expériences de la littérature et de nos travaux.

D'après le tableau (III.2), lors de la préparation par FIB, la pente de phase mesurée ne varie pas que l'on soit à une énergie de 30 keV ou 8 keV. L'influence des défauts d'implantation est donc surfacique, au même titre que l'accumulation de charges électriques sur les parois de l'échantillon.

Comme illustré dans la figure (III.24), les parois formées par le FIB accumulent moins de charges électriques aux parois que les biseaux de silicium recouverts d'oxyde natif. Ce constat se base sur une comparaison de nos expériences avec des données expérimentales [83] d'échantillon FIB ne présentant pas de défauts ponctuels. Dans ces expériences, un recuit à basse température supprime les défauts ponctuels introduits par la préparation FIB.



**FIGURE III.25** – Résumé des épaisseurs limites selon les techniques de préparation. Nous avons représenté l'épaisseur inactive cristalline  $t_{ina}$  pour les différents niveaux de dopage de jonctions symétriques et l'épaisseur limite  $t_{lim}$  simulées pour les côté  $n$  et  $p$  d'un échantillon préparé par tripode.

D'un point de vue pratique, la technique tripode présente des imperfections tout aussi gênantes que le FIB : la couche inactive introduite par le FIB à basse énergie est aussi importante que celle introduite par le polissage tripode (figure (III.25)). Pour les faibles dopages ( $< 10^{16}$  at cm $^{-3}$ ), une épaisseur  $> t_{lim}$  rend l'échantillon opaque aux électrons. Nos données sur les biseaux cristallins ne sont pas représentatives des performances de la préparation "tripode". Des traitements de surface peuvent réduire l'épaisseur de couche inactive et améliorer l'évacuation des charges créées par le faisceau MET, tout en améliorant la reproductibilité de la technique "tripode" [67, 79].

Le FIB reste la technique la plus adaptée à la préparation d'échantillons en raison de sa sélectivité et de son temps d'exécution. Nous avons utilisé une préparation par FIB à 30 keV suivie d'une gravure à basse énergie (5 keV ou 8 keV) sur l'ensemble de nos échantillons car les études détaillées dans ce chapitre montrent que les artefacts de mesure sont réduits.

## Chapitre IV

# Caractérisation et simulation de dispositifs sur film de silicium

### IV.1 Etude de dispositifs de test par simulation et holographie

Nous présentons dans cette section les échantillons de test basés sur les étapes standard de fabrication d'un transistor. Dans un premier temps, nous présentons les caractéristiques et les étapes de fabrications des échantillons. La simulation TCAD de ces étapes a pour résultats l'évaluation des profils de dopants actifs et la cartographie de potentiel électrostatique attendue théoriquement. Nous mettons en évidence les particularités de l'analyse des dispositifs FDSOI et nous définissons les points caractéristiques permettant de décrire un transistor par son potentiel électrostatique. La comparaison de cette cartographie simulée avec des résultats expérimentaux permet de déterminer les performances et les limites de l'holographie pour calibrer les outils de la simulation.

#### IV.1.1 Présentation des dispositifs de test

Nos échantillons de test sont réalisés à partir de plaques SOI dopées initialement à  $10^{15} \text{ at.cm}^{-3}$  de bore. Le film initial a une épaisseur de 30 nm, assez faible pour permettre une déplétion complète du canal du dispositif et former des transistors FDSOI<sup>1</sup>. Comme illustré dans la figure figure (IV.1), une oxydation surfacique de 7 nm est effectuée, constituant l'oxyde de grille du transistor.

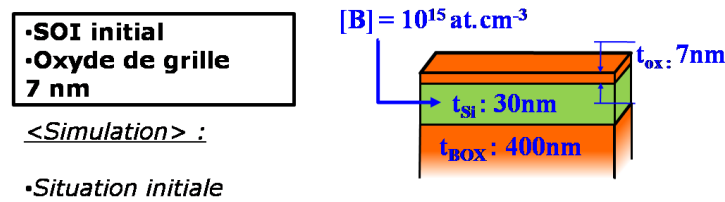
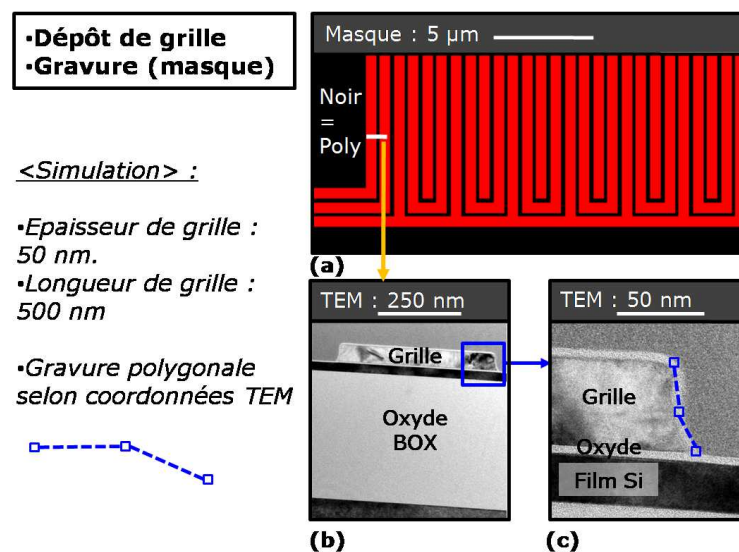


FIGURE IV.1 – Schéma de composition du substrat SOI

Une grille de polysilicium de 50 nm est déposée puis définie par gravure. Le masque (figure (IV.2)(a)) étant constitué d'un serpent, des pseudo-transistors 2D de 500 nm de longueur de grille sont fabriqués. Les zones actives de la source et du drain sont définies par une implantation d'arsenic de part et d'autre de la grille de polysilicium. En raison d'une erreur de fabrication, l'arrêt des grilles n'est pas verticale. La forme de l'arrêt est simulée par une gravure polygonale, dont les

---

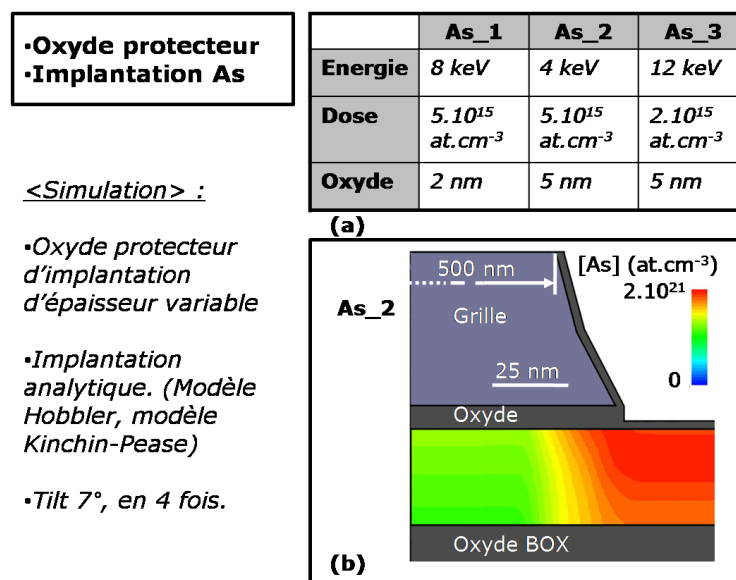
1. Fully Depleted Silicon On Insulator



**FIGURE IV.2** – Etape de dépôt de la grille. Le polysilicium est gravé selon les zones rouges du masque (a). Le bord de la grille est estimé à partir de coordonnées prises sur des images MET en champ clair(b,c).

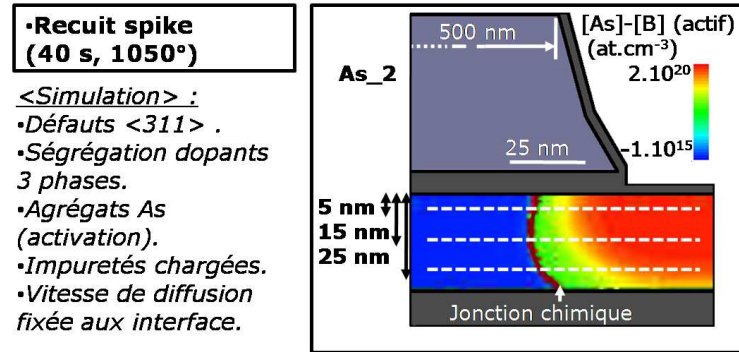
coordonnées sont extraites d'une observation par MET (figure (IV.2)(b, c)). La prise en compte de la forme réelle de la grille dans la simulation de l'implantation de la source et du drain modifie la répartition des dopants et permet une comparaison directe avec la mesure holographique.

Pour contrôler l'implantation d'arsenic et réduire les effets de canalisation, un oxyde sacrificiel est formé au niveau de la source et du drain. L'épaisseur de cet oxyde, l'énergie d'implantation, et la dose implantée varient selon les 3 échantillons observés (**As\_1**, **As\_2**, et **As\_3** : voir figure (IV.3)(a)).



**FIGURE IV.3** – Etape d'implantation du transistor. L'image (b) est extraite d'une simulation *SPRO-CESS* avec les paramètres de l'échantillon **As\_2**. L'image est centrée sur le bord droit du dispositif, séparé du bord gauche de 500 nm. 3 échantillons différents sont réalisés selon les variables d'implantation résumées dans (a).

L'implantation est effectuée à une incidence de  $7^\circ$ , en 4 fois, avec une rotation à plat de  $90^\circ$  entre chaque implantation. Le profil d'arsenic est activé dans les 3 échantillons par le même recuit spike (figure (IV.4)) à  $1040^\circ$ . La jonction chimique du transistor est située aux points où les concentrations d'arsenic actif et de bore actif sont identiques. Nous étudions le profil de dopants dans le film de silicium selon trois segments car la diffusion est modifiée au voisinage des interfaces entre le silicium et l'oxyde : au milieu du film de silicium et à 5 nm de l'oxyde de grille et de l'oxyde enterré. La prise



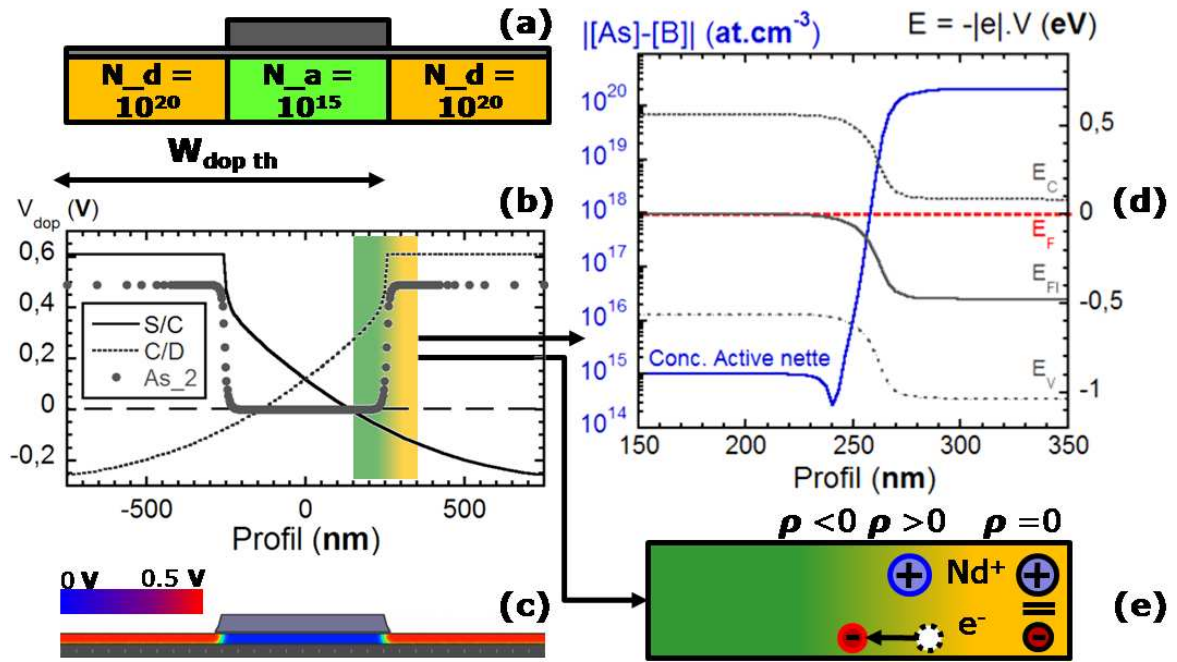
**FIGURE IV.4** – Etape d'activation de l'arsenic par un recuit spike. L'image est extraite d'une simulation du transistor **As\_2** par *SPROCESS* et centrée sur le bord du dispositif. Nous avons représenté le dopage actif sous la forme de la différence entre la concentration d'arsenic et la concentration de bore. La valeur nulle correspond à la position de la jonction chimique (trait rouge).

en compte des modèles de diffusion et d'activation permet une estimation précise des zones source et drain par simulation TCAD. Le potentiel électrostatique est déduit de la répartition des dopants actifs par résolution de l'équation de Poisson dans les logiciels de *SYNOPTIS*. La cartographie de dopants ainsi obtenue est introduite dans le logiciel *ATLAS* de *SILVACO* [226] pour la prise en compte par simulation des artefacts de l'holographie dus à l'accumulation des charges générées par le faisceau MET. Grâce au protocole de simulation ainsi développé, l'interprétation des mesures holographiques se fait directement par la comparaison des cartographies de potentiel mesurées et simulées.

Nos échantillons sont préparés par FIB et ont une épaisseur cristalline comprise entre 140 nm et 220 nm. Selon la méthode développée dans le chapitre précédent, les profils de phase sont corrigés en fonction des variations d'épaisseur. Dans nos échantillons, la mesure du potentiel en dehors du matériau n'est pas possible. La contribution du champ électrostatique dans le vide à la pente de phase ne peut pas être évaluée directement. Cependant, la phase dans l'oxyde enterré ne présente pas de contraste de dopage et constitue une référence composée à la fois de la phase dans le vide et dans l'oxyde.

#### IV.1.2 Le potentiel électrostatique pour caractériser un transistor

Dans un premier temps, considérons que le transistor FDSOI est constitué de jonctions abruptes avec une structure *n-p-n* comme schématisée dans la figure (IV.5)(a). Considérant une jonction abrupte de dopage  $10^{20}$  at.cm<sup>-3</sup> dans le drain et de  $10^{15}$  at.cm<sup>-3</sup> dans le canal, la largeur de déplétion est directement évaluée à  $W_{dop\ th} = 1040$  nm [161]. Cette distance étant plus large que la grille du dispositif (500 nm), les zones de déplétion source et drain se rejoignent et le canal du dispositif est entièrement déplété. Le recouvrement des zones de déplétion nous interdit de prendre comme référence le potentiel au centre du canal. Le potentiel électrostatique induit par la répartition de dopants permet de représenter le diagramme de bande dans le transistor (voir figure (IV.5)(d)).



**FIGURE IV.5** – Formation des barrières de potentiel dans un transistor FDSOI. Schéma simplifié du transistor à jonctions abruptes (a). Les profils de potentiel électrostatique des jonctions source canal (S-C) et canal drain (C-D) sont représentés en (b). La simulation numérique du potentiel dans le dispositif **As\_2** donne le profil **As\_2** de la figure (b) et la cartographie de la figure (c). Le potentiel permet de décrire la structure de bande entre le canal et le drain (d) et d'en déduire le mécanisme de formation de la barrière de potentiel schématisé à la figure (e).

L'approximation de jonction abrupte n'étant pas réaliste, la définition de la position de la jonction électrique n'est pas directe. Par abus de langage, nous appelons jonction électrique  $p$ - $n$  la région correspondant à la formation de la barrière de potentiel dans les FDSOIs. La position de cette jonction est définie par le point d'inflexion du profil de potentiel

$$\Delta V_{dop} = -\frac{\rho}{\epsilon_{Si}} = 0. \quad (\text{IV.1})$$

qui correspond d'après l'équation de Poisson à l'inversion de la charge fixe  $\rho$  majoritaire dans la zone de charge d'espace.

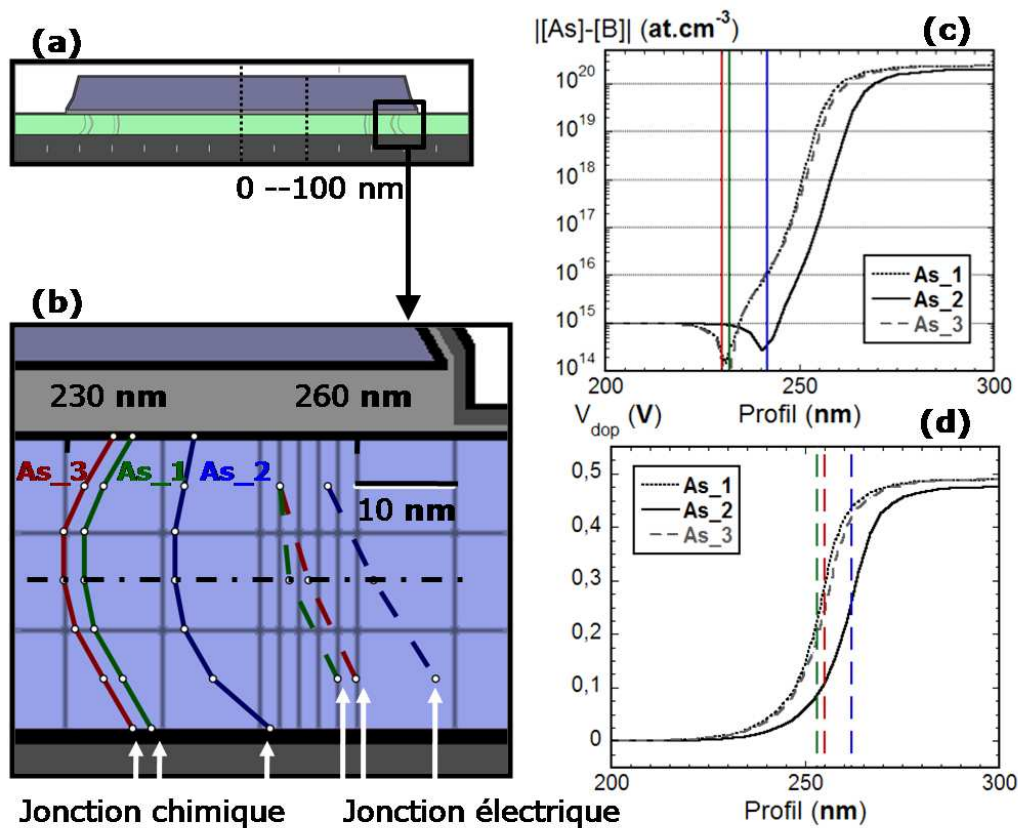
Les jonctions des transistors testés sont fortement asymétriques : le côté  $n$  est obtenu par implantation d'arsenic et dépasse la concentration de  $10^{20} \text{ at.cm}^{-3}$ . Le côté  $p$  est formé par le bore initial de la plaque, dopé à une concentration de  $10^{15} \text{ at.cm}^{-3}$ . En raison de ce déséquilibre, la jonction chimique et la jonction électrique, représentées dans figure (IV.6) ne sont pas concordantes : en moyenne, la jonction chimique<sup>2</sup> est plus proche du canal de 20 nm environ.

Le potentiel électrostatique est une mesure indirecte de la concentration des dopants actifs :

- Il n'est pas sensible à la concentration totale des dopants et ne peut analyser les agrégats électriquement inactifs.
- le potentiel électrostatique  $V_{dop}$  est induit par la répartition de charge selon l'équation de Poisson.

2. On parle aussi de jonction métallurgique, où le dopage net  $|N_a - N_d| = 0$



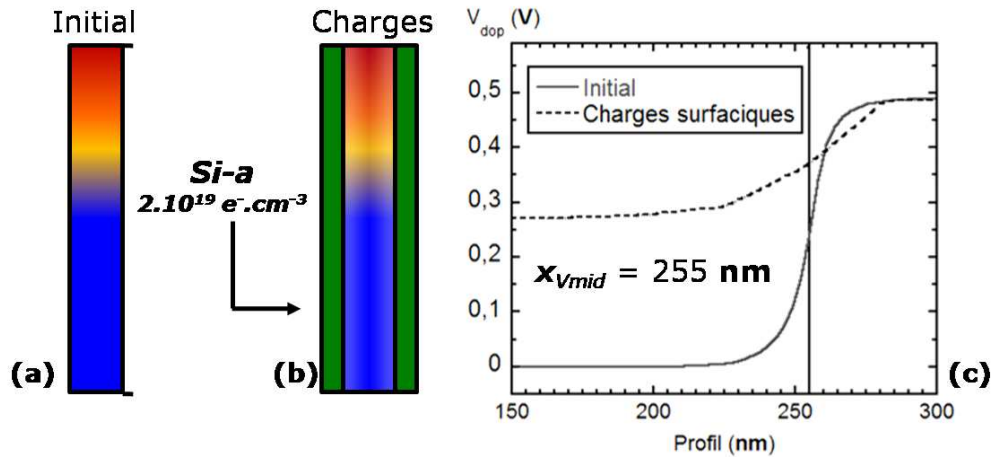


**FIGURE IV.6** – Schéma des transistors SOI de test (a, b)). L'image (b) est située par rapport au milieu de la grille. Les deux épaisseurs d'oxyde protecteur possible (2 nm et 5 nm, voir figure (IV.3)) sont représentées dans (b) par des gris différents. Nous avons représenté la jonction chimique et la jonction électrique, entre le canal et le drain, pour les trois transistors. Les graphes (c) et (d) sont respectivement la concentration active nette et le potentiel électrostatique selon un profil horizontal au milieu de la grille. Ces résultats sont extraits de la simulation *SPROCESS* avec extraction de potentiel sous *SDEVICE*.

La charge étant la dérivée seconde du potentiel électrostatique, il est théoriquement possible de déduire la répartition de dopants d'une cartographie de potentiel. Dans la pratique, la reconstruction inverse est mathématiquement hasardeuse. Le bruit de la mesure induit des variations irréalistes de dopage [230]. Cependant, l'intégration des profils de dopants étant aisée, le potentiel peut être déduit directement de la simulation numérique des procédés. La simulation permet d'obtenir facilement une cartographie de dopants et la cartographie de potentiel associé. Nous analysons dans la figure (IV.6) les différences entre les positions des jonctions chimiques et électriques sur nos dispositifs simulés.

Selon un profil latéral au milieu du film de silicium, les jonctions chimiques des échantillons **As\_2** et **As\_3** sont séparées de 12 nm (voir figure (IV.6)). La distance correspondante ( $As_2 - As_3$ ) entre les jonctions électriques est de seulement 7 nm. De plus, nous observons que l'ordre des jonctions électriques est inversé par rapport à celui des jonctions chimiques pour les échantillons **As\_1** et **As\_3** (figure (IV.6)). Cette inversion est créée par la différence de gradient et de niveau de dopage entre les deux échantillons.

En holographie, nous obtenons généralement une sensibilité sur la mesure de 0,1 V. Repérer un point d'inflexion sur un profil expérimental est délicat. Nous avons remarqué que sur nos échantillons, le point de potentiel moyen ( $\frac{(V_{dop\ min} + V_{dop\ max})}{2}$ ) est quasiment confondu avec le point d'inflexion. Nous supposons que cette propriété est due à la déplétion du canal. Le point de potentiel moyen se situe dans une région où la pente de potentiel est maximale et où une sensibilité de 0,1 V correspond à une précision inférieure à 10 nm.



**FIGURE IV.7** – Accumulation de charges sous un faisceau électronique dans l'échantillon **As\_3**. Nous schématisons le potentiel électrostatique théorique (a) et simulé avec charges surfaciques (b). Le potentiel électrostatique moyen en résultant est représenté dans (c). Le potentiel de référence ne pouvant être pris au centre du canal, la cartographie de potentiel est ajustée par rapport au potentiel dans le drain, défini comme valant 0,5 V.

Nous avons calculé le potentiel électrostatique en tenant compte de l'accumulation des charges électriques sur les parois des échantillons à partir du profil de dopants actifs simulé par *SPROCESS* (voir figure (IV.7)). En accord avec [221, 83], la paroi est assimilée à une hétérojonction entre une couche de silicium amorphe et le matériau cristallin. L'amorphe se comporte comme une région de "dopage *n*" ayant une charge de  $2 \times 10^{19} \text{ e}^{-}.\text{cm}^{-3}$ . Cette modélisation correspondant au cas d'une préparation par FIB avec recuit à basse température [83]. Nous faisons l'hypothèse qu'une cartographie de potentiel équivalente sera obtenue dans nos échantillons ayant été préparés par FIB à basse énergie (5 keV). En effet, les études du chapitre III montrent que les mêmes artefacts seront induits dans les deux méthodes de préparation.

L'accumulation de charges surfaciques provoque une réduction du saut de potentiel à travers la jonction "*p-n*" de 0,5 V à 0,25 V. Le gradient de porteurs à travers la zone de charge d'espace est réduit par l'accumulation d'électrons comme illustré dans la figure (IV.7). L'extraction du point d'inflexion du potentiel est difficile lors de la simulation avec charges surfaciques, mais la position du potentiel moyen est conservée malgré une translation de 1 nm. Grâce à cette étude préliminaire par simulation TCAD, la pertinence de la cartographie de potentiel, tenant compte des artefacts de la mesure par holographie, est prouvée pour la caractérisation précise de la position de la jonction dans les transistors FDSOI.

Comme nous l'avons exposé dans le chapitre II, la distinction entre le potentiel intrinsèque  $V_0$  et le potentiel électrostatique  $V_{dop}$  se fait par connaissance à priori de l'échantillon. Nous avons constaté dans le chapitre III que les échantillons fortement dopés  $n$  n'étaient pas sensibles à l'accumulation surfacique de charges. Lors de nos analyses, nous prenons comme référence du potentiel une valeur de  $\simeq 0,5$  V dans la source et le drain.

Une deuxième stratégie d'ajustement, utilisée par Ikarashi *et al.* [64], consiste à fixer le potentiel en deux points et à accorder linéairement le profil observé. Lors de l'observation d'un transistor, ces points sont habituellement le canal et le drain (ou la source). Cette méthode empirique d'ajustement ne prend pas en compte les effets d'épaisseurs inactives et la mesure quantitative du potentiel électrostatique. Un saut de potentiel avec charges surfaciques de 0,23 V a été établi sur l'échantillon **As\_3** (figure (IV.7)), l'ajustement proposé ferait passer cette valeur à 0,5 V, ce qui n'a pas de sens physique. Pourtant, nous utilisons cette technique pour traduire le contraste des images de phase selon les extremums du potentiel. Nous obtenons alors une échelle en fausse couleur fournissant une première approximation du potentiel sans valeur quantitative directement exploitable en terme de dopage actif.

### IV.1.3 Caractérisation de dispositifs de test par holographie électronique

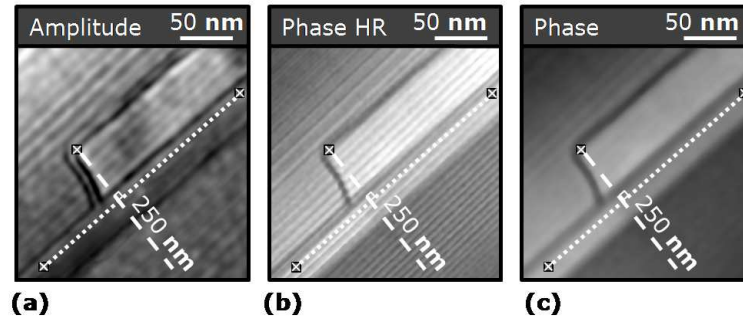
L'architecture de grille des transistors de test que nous avons observés forme un motif périodique, alternant 500 nm de grille et 1  $\mu\text{m}$  d'espacement, tenant lieu de drain et de source. Une lame MET préparée par FIB permet de réunir jusqu'à 6 transistors consécutifs. Bien qu'un large champ de vue soit possible en holographie, il s'obtient au détriment du bruit de phase (augmentation du potentiel de biprisme). Nous avons choisi de régler le biprisme pour maintenir une sensibilité de 0,1 V et conserver une résolution entre 4 nm et 8 nm. Ces paramètres induisent des franges d'interférences rapprochées et un champ de vue réduit. Sous ces conditions, l'image d'un transistor entier réclamant une surface de l'ordre de 1  $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$  demande une grande expertise. Seul un côté du dispositif est généralement représenté.

Comme illustré dans la figure (IV.8), il est indispensable de placer des repères sur l'image. Trois points suffisent : le sommet de la grille, se situant à 250 nm du centre de la grille, et deux points de l'interface entre l'oxyde et le silicium, pour prendre en compte l'orientation du dispositif. Nous avons développé une routine logicielle permettant d'assister et de simplifier l'extraction des profils de phase selon ce protocole [180].

Sur certaines images de phase, nous avons pu isoler un dispositif entier (figure (IV.9)). Dans ce cas, les coordonnées d'un profil s'obtiennent directement à partir du milieu de la grille et par le plan de symétrie du dispositif.

Nous avons comparé l'expérimentation à la simulation selon un protocole décrit dans la figure (IV.10). Nous analysons les profils de potentiel extraits de l'holographie, le potentiel reconstruit à partir de la répartition de dopants simulée et le potentiel reconstruit en présence de charges symbolisant les effets du MET sur les parois. Le potentiel dans le drain est fixé à la valeur de référence ( $\simeq 0,5$  V). La position du potentiel moyen,  $x_{VMID}$ , est choisie comme point de comparaison entre l'expérience et la simulation.

Les profils expérimentaux sont préalablement interpolés pour lisser les effets du bruit. Des fonctions analytiques comme  $a \times \arctan(x - x_0) + b$  sont souvent utilisées pour approcher le potentiel [85] ( $a$ ,  $x_0$ , et  $b$  sont des paramètres d'ajustement). Nous avons favorisé le potentiel théorique comme fonction



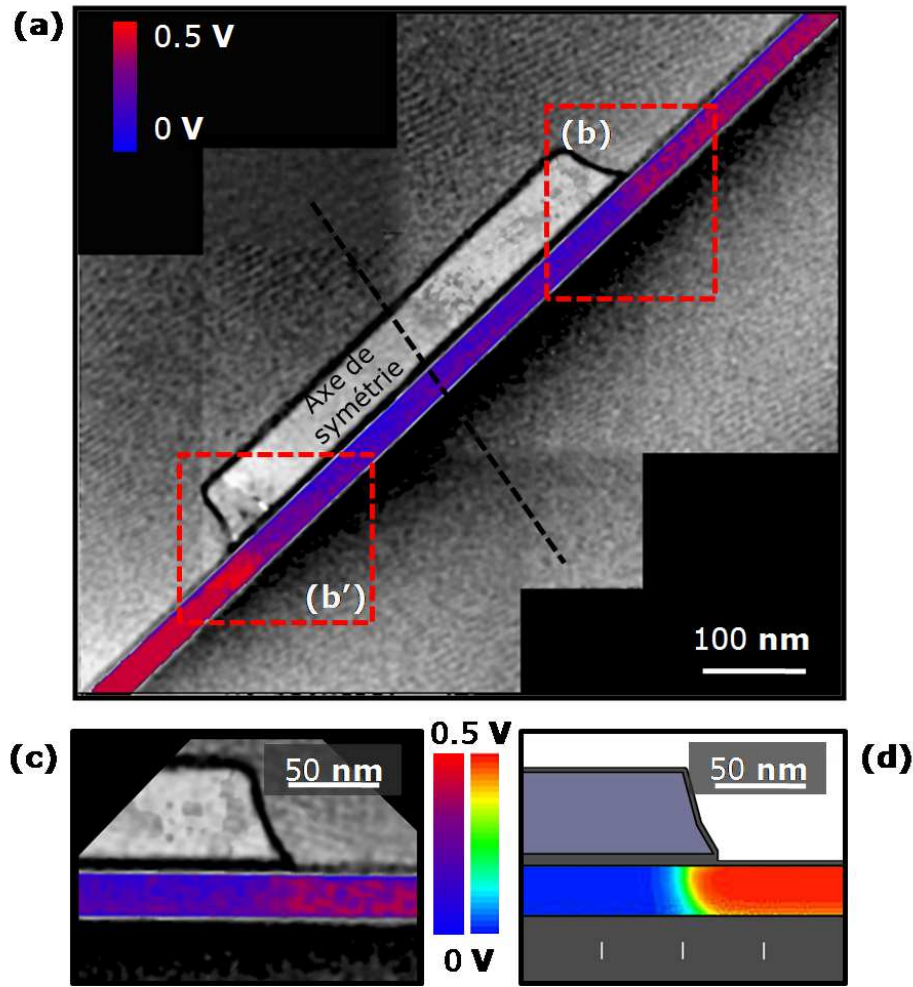
**FIGURE IV.8** – Mise en place du système de coordonnées lors de l’observation d’un transistor de test par holographie. Le sommet de la grille marque la distance de 250 nm au milieu de la grille. En prenant l’interface entre l’oxyde de grille et le film de silicium comme référence horizontale, nous reconstruisons un repère adapté à l’exploitation de profils de phase. En particulier, nous pouvons comparer les profils de phase avec le potentiel simulé numériquement, dans un même repaire. La phase (c) et l’amplitude (a) d’un hologramme sont extraites d’une même image complexe, ce qui permet d’exploiter les contrastes de l’amplitude pour placer les repères plus facilement. Lors de la reconstruction de la phase à partir de l’hologramme, l’utilisation d’un filtre élargi permet d’améliorer la résolution, formant l’image (b). L’apparition d’artefacts interdit l’analyse du potentiel, mais les contours du transistor apparaissent plus nettement. Les images (b) et (c) provenant d’un même hologramme, les positions des repères sont confondues. Nous estimons que cette technique introduit une erreur  $< 3$  nm.

de référence. Soit  $f(x)$  l’expression de la courbe simulée, nous interpolons le potentiel expérimental par la fonction  $a \times f(x - x_0) + b$ , en sélectionnant  $a$ ,  $x_0$ , et  $b$  pour minimiser la différence quadratique des deux courbes.

Dans l’échantillon présenté (**As\_3**), au centre du film de silicium, le profil de phase fournit une bonne estimation du potentiel simulé sans charge : les deux courbes présentent un saut de potentiel de  $0,5 \text{ V} \pm 5\%$  (écart attribué à la précision de l’holographie) et la position du potentiel moyen est estimée à 4 nm près. En prenant en compte les profils au voisinage des oxydes,  $x_{V_{MID}}$  présente un écart maximal de 6 nm entre l’observation et la simulation. Sur les profils latéraux, nous observons une réduction du saut de potentiel de 0,15 V à proximité de la grille et 0,10 V près de l’oxyde enterré.

Nous ne constatons aucun artefact lié à une éventuelle couche cristalline inactive, ou à l’accumulation de charges aux parois. La concentration de donneurs dans le drain et la source de nos échantillons dépasse  $10^{20} \text{ at.cm}^{-3}$ , ce qui constitue une valeur suffisante pour que les effets de charge soient négligeables : lors de l’étude de jonctions  $p-n$ , nous avons mis en évidence la réduction des artefacts pour les forts dopages (dès  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$ ). Dans le canal le dopage  $p$  de  $10^{15} \text{ at.cm}^{-3}$ , la simulation du potentiel avec charges aux parois ne correspond pas à la mesure expérimentale (figure (IV.10)). En effet, le modèle de charges surfaciques utilisé en simulation ne permet pas de reproduire la dynamique réelle de la charge de l’échantillon. L’accumulation de charges résulte d’un équilibre entre l’apport électronique du faisceau et l’évacuation des charges par les contacts de l’échantillon. Cette dynamique est difficilement modélisable et n’est pas prise en compte dans nos calculs.

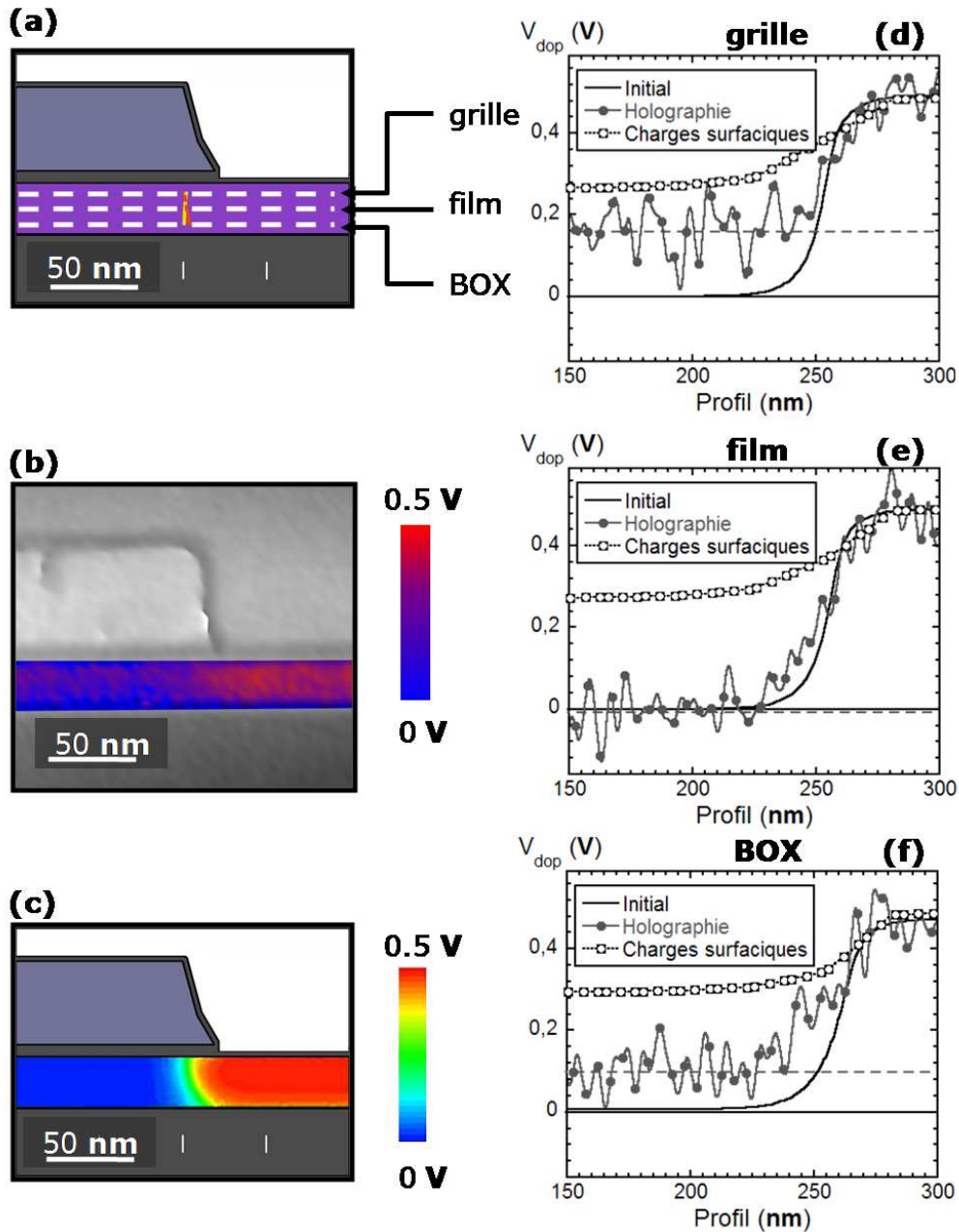
La sous-estimation du potentiel à proximité de l’oxyde de grille et de l’oxyde enterré est due à la reconstruction de l’image : le filtre appliqué à l’hologramme initial est une fenêtre de Hann, dont la fréquence de coupure fixe la résolution spatiale. Dans l’espace réel, ce filtrage correspond à une convolution de la phase théorique avec une fonction de largeur maximale égale à la résolution :



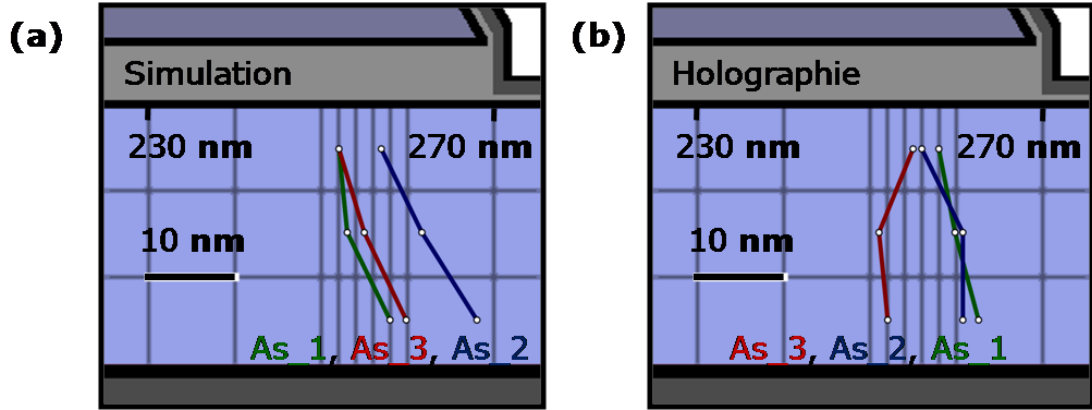
**FIGURE IV.9** – Image de phase d’un transistor entier, de type **As\_1**(a). La zone (b) sert de référence à l’image (c), dont les coordonnées sont identiques à celles de la cartographie simulée (d). Il est également possible d’utiliser le symétrique de (b), le cadre (b’). Les différences de potentiel entre la source et le drain sont dues à une pente d’épaisseur, non soustraite sur l’image (a). Le potentiel dans le film de silicium, en fausses couleurs, est déduit de la phase par ajustement linéaire à deux références (voir figure (IV.7)).

comprise entre 4 nm et 8 nm. La valeur des profils de bord est constituée d’une fraction  $f_1$  de signal correspondant à l’oxyde et d’une fraction  $1 - f_1$  de l’information sur les dopants. Le saut de potentiel est donc réduit à cette fraction  $1 - f_1$  du potentiel théorique. L’orientation de l’échantillon supprimant le contraste de diffraction (voir chapitre II) renforce cet effet. Les profils latéraux permettent de positionner le potentiel moyen avec une précision  $< 10$  nm (figure (IV.11)).

Nous observons un contraste dans l’oxyde enterré à proximité du film de silicium (figure (IV.9)), représentatif d’une accumulation de charges positives. Cette accumulation est due à la génération de paires électrons-trous par le faisceau, dans l’oxyde enterré. L’information mesurée à proximité des interfaces étant partielle, il n’est pas possible de déterminer si il y a réduction du potentiel électrostatique dans le film de silicium.



**FIGURE IV.10** – Analyse par holographie et simulation d'un transistor de type **As\_3**. Pour plus d'informations sur les autres transistors de test, consulter l'annexe B. L'échantillon présenté mesure 170 nm d'épaisseur cristalline. Les profils de potentiels sont extraits de l'image de phase (b), de la simulation numérique (c), et d'une simulation de potentiel avec charges (figure (IV.7)). L'image (b) étant représentée en fausses couleurs, des taches bleues liées au bruit peuvent apparaître dans une zone théoriquement rouge. Les potentiels sont ajustés à la valeur dans le drain. Les profils sont extraits selon les lignes indiquées dans (a) : à 5 nm de la grille (a), au milieu du film de silicium (b), et à 5 nm de l'oxyde enterré (c). La position du potentiel moyen,  $x_{VMID}$ , est extraite de (d,e,f). Consulter la figure (IV.11) pour visualiser ces résultats à l'échelle nanométrique. Les profils de phase sont auparavant interpolés par une translation à l'échelle du potentiel simulé, optimisé au moindre écart quadratique.

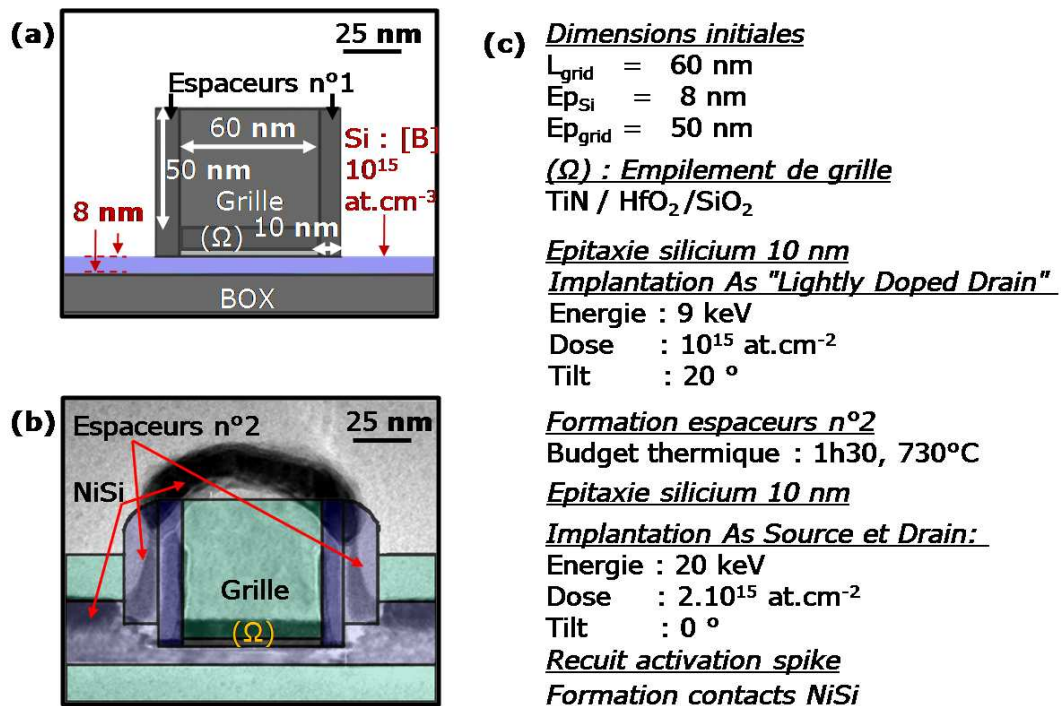


**FIGURE IV.11** – Position du potentiel moyen déduit de la simulation TCAD et de l’holographie (b). L’estimation de  $x_{VMID}$  par holographie dans **As 1** est fortement écarté de la simulation en raison d’un bruit de phase important. Pour **As 2** et **As 3**, l’estimation est correcte à 4 nm près pour les profils centraux et  $\leq 10$  nm près de la grille et de l’oxyde enterré.

La position du potentiel moyen est une information portée par les basses fréquences spatiales, il est donc important de distinguer la résolution spatiale de l’holographie et l’erreur dans l’estimation de la position de la jonction. Dans nos échantillons, une sensibilité de 0,1 V permet de déterminer une position à 5 nm près grâce à l’analyse avec les courbes de potentiel simulées. En plus de cette limitation en position, le potentiel mesuré en un point est moyenné sur une aire dépendante de la résolution spatiale, en conservant l’allure générale de la courbe et la position de la jonction. Dans la pratique, pour une expérience donnée, l’erreur sur le positionnement de la jonction est comprise entre la limite de sensibilité et la résolution spatiale de l’holographie. Le contraste de diffraction dégrade la résolution spatiale suivant la direction perpendiculaire à la rotation de l’échantillon. Il est donc possible d’exploiter la rotation de l’échantillon pour que la dégradation s’applique à une direction de forte symétrie, normale à la jonction.

## IV.2 Etude complète d'un transistor réel par Electron Energy Loss Spectroscopy, holographie, et simulation

### IV.2.1 Présentation du dispositif



**FIGURE IV.12** – Etapes de fabrication du dispositif 'FDSOI 60 nm'. (c) Nous simulons initialement une couche d'oxyde enterré avec un film de 8 nm de silicium, dopé  $p$  à  $10^{15} \text{ at.cm}^{-3}$ , sur lequel nous formons la grille et les premiers espaceurs (a). Le dispositif final est représenté par une image MET en champ clair, superposée au contour simulé (b). L'image MET en champ clair permet d'extraire les dimensions réelles du dispositif et de les utiliser pour la simulation. Les contours du dispositif représentés par transparence dans (b) sont extraits d'une simulation SPROCESS. L'étape de formation du NiSi n'a pas encore été simulée, ce qui explique les différences avec l'image MET.

Le transistor 'FDSOI 60 nm' est un transistor  $n\text{MOS}$  développé au LETI<sup>3</sup> et fabriqué sur un film de silicium de 8 nm. Il est élaboré par une série d'étapes illustrées dans la figure (IV.12)(c)<sup>4</sup>.

Nous avons pris en compte les phénomènes suivants lors de la simulation.

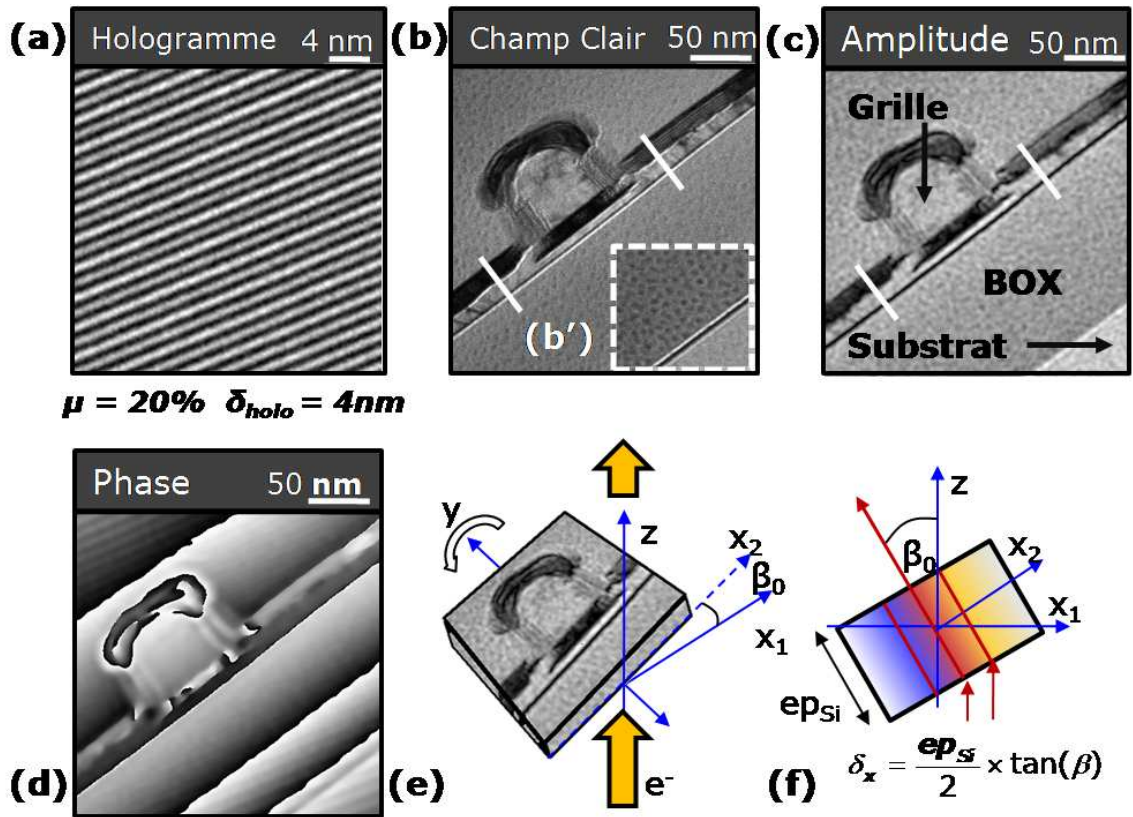
- Le code *TAURUS* réalise une implantation Monte Carlo avec cascade de collisions. Les implantations sont réalisées en 4 fois avec rotation de  $90^\circ$  de la plaque entre chaque étape.
- La recombinaison des interstitiels est modélisée par les défauts de type  $\langle 311 \rangle$ .

3. Nous remercions F. Andrieu et son équipe, pour nous avoir fourni le dispositif

4. Les résultats de simulation TCAD sont présentés avec l'autorisation d'O. Cueto du CEA/LETI



- L'arsenic diffuse selon un modèle à trois espèces ou impuretés chargées. Les paires dopants-défauts sont à l'équilibre avec la concentration de dopants substitutionnelle et les concentrations de défauts ponctuels.
- La ségrégation d'arsenic aux interfaces est simulée par un modèle à trois phases : As piégé à l'interface, As dans le silicium, As dans l'oxyde.
- La formation d'agrégats de type  $As_4V$  est prise en compte pour l'activation de l'arsenic.
- Les conditions aux limites imposent une vitesse de recombinaison des interstitiels fixe aux interfaces.



**FIGURE IV.13** – Transistor 'FDSOI 60 nm' observé par MET. Un agrandissement de l'hologramme dans le vide (a) permet de déterminer la résolution holographique (4 nm). Le contraste de frange (20%) assure une sensibilité inférieure à 0,1 V. L'image en champ clair en mode Lorentz (b) et l'amplitude holographique (c) montrent une absence de contraste de diffraction entre les marqueurs. La phase reflète donc raisonnablement le potentiel électrostatique  $V_{dop}$  sur une longueur de 200 nm. Dans l'image (b), le cadre (b') délimite une zone focalisée sur les parois de l'échantillon plutôt que sur le dispositif. L'image de phase (d) exhibe des franges, imputées à un champ électrostatique dans le vide (les faibles variations de l'amplitude indiquent que l'épaisseur est constante). Les schémas (e) et (f) illustrent la réduction de résolution dans la direction  $x$  lors de la rotation  $\beta_0$  nécessaire à l'annulation du contraste de diffraction. Il se produit un étalement selon  $x$  de l'information recueillie par le faisceau électronique lors de la traversée de l'échantillon. La lamelle MET de cet échantillon a été réalisée en collaboration avec L. Clément et G. Servanton (STM Crolles).

L'échantillon est préparé par FIB en face arrière, avec gravure finale à 5 keV. Il mesure 170 nm d'épaisseur cristalline. Grâce à des acquisitions holographiques de l'ordre de 30 s, dans des conditions extérieures stables, nous avons pu combiner une résolution spatiale de 4 nm et un contraste de frange de 20 % (voir figure (IV.13)(a)). D'après les abaques du chapitre II, en considérant l'intensité de 3 nA, une variance de 0,02 rad est attendue dans le vide. Dans le silicium, le contraste est réduit à 10 % par l'atténuation du faisceau. En appliquant empiriquement les conclusions du chapitre II<sup>5</sup>, nous obtenons une variance de phase de 0,06 rad, ce qui correspond à une variance de potentiel de 0,05 V. Cette valeur se retrouve expérimentalement sur les profils mesurés (mesure sur figure (IV.16)(a) dans le canal). La rugosité des parois de l'échantillon est donc suffisamment faible pour minimiser le bruit de phase.

Pour supprimer le contraste de diffraction, nous avons tourné l'échantillon de 4° suivant l'axe  $y$  (voir figure (IV.13)(e)), dégradant la résolution à  $\delta(x) = 6$  nm suivant la direction drain-source. De cette manière, nous n'aggravons pas l'injection de bruit par la grille et l'oxyde enterré. Comme nous l'avons vu dans la section précédente, la position de la jonction n'est pas affectée par l'augmentation de la résolution selon le sens de la jonction. La région (b') de la figure (IV.13) est une image en champ clair focalisée sur l'interface entre le dispositif et la zone amorphe créée par le FIB. Elle met en évidence une rugosité faible dans l'oxyde enterré et indiscernable dans le silicium massif. La phase présente des franges selon la direction ( $y$ ). Le canal étant réduit à 8 nm selon ( $y$ ) et orienté selon l'axe drain-source, nous pouvons extraire le potentiel sans correction majeure.

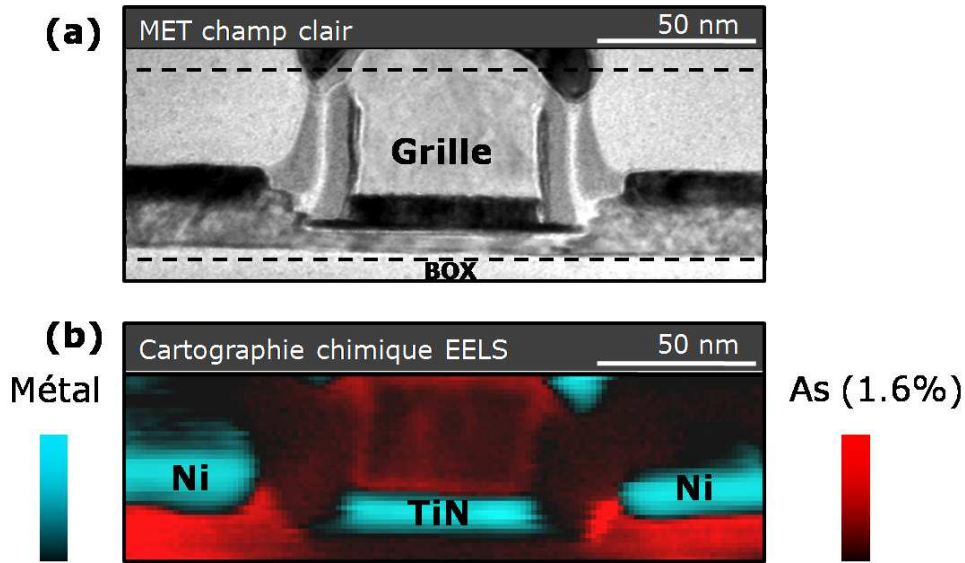
Le potentiel donne une information sur la concentration active des dopants, la caractérisation supplémentaire de la concentration totale permettrait une meilleure analyse des modèles de simulation. Nous avons donc réalisé une cartographie chimique du même échantillon, par EELS (voir chapitre I), afin d'obtenir la concentration totale d'arsenic.

Selon une méthode détaillée dans [58], nous pouvons reconstruire une cartographie chimique quantitative de l'échantillon. La fenêtre d'acquisition du spectre est optimisée pour la détection de l'arsenic dans le silicium, c'est pourquoi le NiSi des contacts et le TiN et le HfO<sub>2</sub> de l'empilement de grille apparaissent avec le même contraste dans la cartographie chimique (figure (IV.14)(b)).

L'échantillonnage de la cartographie chimique par des pixels de 2 nm×2 nm donne la résolution spatiale de l'EELS. La concentration totale d'arsenic est détectée linéairement, avec un seuil de détection de 10<sup>19</sup> at.cm<sup>-3</sup>. L'acquisition par MET utilise une tension d'accélération de 120 kV, sur une durée de l'ordre de 2 h, afin de limiter l'endommagement de la cible [58, 174]. Durant l'acquisition la dérive spatiale est compensée par 'cross-correlation' avec une image STEM initiale.

---

5. Nous n'avons étudié que le bruit de phase dans le vide. Nous ne pouvons pas affirmer que nos abaques sont valables dans le silicium. En particulier, les défauts du matériau sont une source potentielle de bruit non statistique.



**FIGURE IV.14** – Image en champ clair du transistor 'FDSOI 60 nm' (a) et cartographie chimique en fausses couleurs réalisée par EELS (b). L'image (b) est réalisée selon le cadre pointillé de l'image (a). Le faisceau de 8 nA d'intensité est accéléré à 120 keV. Reproduit avec l'autorisation de G. Servanton et R. Pantel.

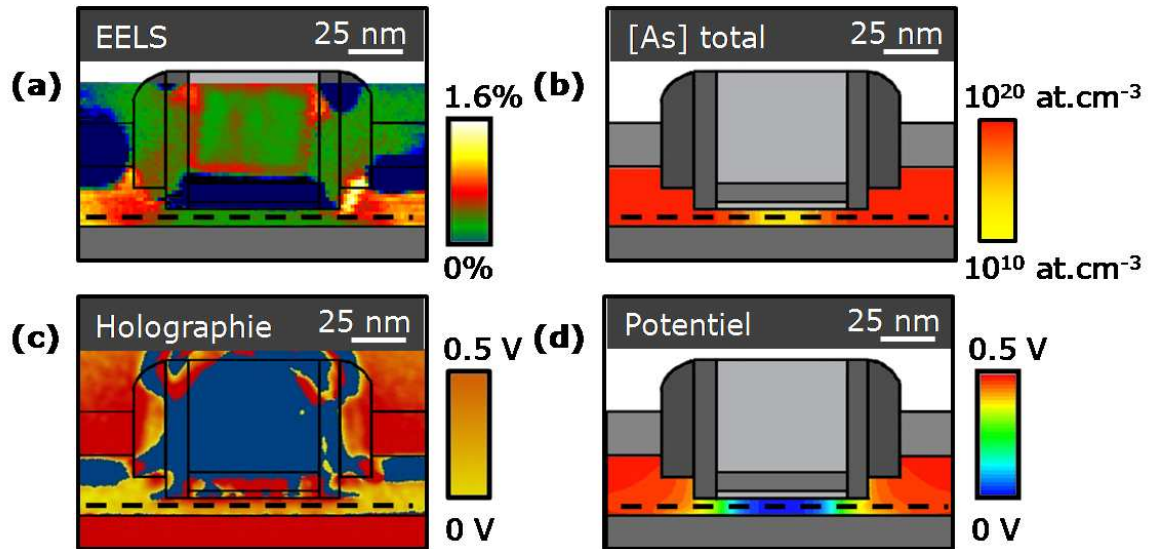
## IV.2.2 Résultats

La cartographie chimique de l'échantillon met en évidence une ségrégation de l'arsenic (figure (IV.14)(b) et figure (IV.15)(a)). Ainsi, des concentrations significatives sont mesurées sur les parois de la grille et au niveau d'un joint de grain dans le silicium polycristallin.

Un profil de potentiel électrostatique est extrait par holographie à 4 nm de la grille et de l'oxyde enterré. D'après le potentiel simulé (figure (IV.16)(b)), le canal est entièrement dépleté. Comme les concentrations actives d'arsenic (figure (IV.16)(c)) sont supérieures à  $10^{19}$  at.cm<sup>-3</sup> dans la source et le drain, nous supposons que la phase extraite par holographie ne présente pas d'artefact de charge MET. Le potentiel expérimental est ajusté à la valeur théorique dans le drain. D'après la simulation, le profil de dopants dans le dispositif est à la limite des effets de canaux courts (figure (IV.16)(b)).

La cartographie EELS ne permet pas de mesurer la position de la jonction chimique : sa représentation est linéaire et son seuil de détection élevé ( $10^{19}$  at.cm<sup>-3</sup>). C'est une technique complémentaire de l'holographie dont la mesure du potentiel électrostatique n'est sensible qu'à des dopants actifs dont la concentration n'excède pas  $2 \times 10^{19}$  at.cm<sup>-3</sup>. Afin de caractériser la position des profils chimiques, nous utilisons le point d'intersection entre la pente de concentration d'arsenic, évalué au premier ordre par une droite, et l'axe des abscisses. En observant un profil simulé de dopants, nous observons une différence de 8 nm entre ce point d'intersection et la position de la jonction chimique. Ces points ne sont pas représentatifs du fonctionnement électrostatique du dispositif. Nous les utilisons comme des repères purement formels, représentant la cartographie des dopants.

La différence de potentiel mesuré par l'holographie à travers la jonction surestime la simulation TCAD de  $0,1 \text{ V} \pm 0,05 \text{ V}$ . De même, la concentration totale d'arsenic dans le drain et la source mesurée par EELS dépasse de 25% la valeur simulée ( $[As]_{EELS} \simeq 6 \times 10^{20}$  at.cm<sup>-3</sup>,  $[As]_{TCAD} \simeq$

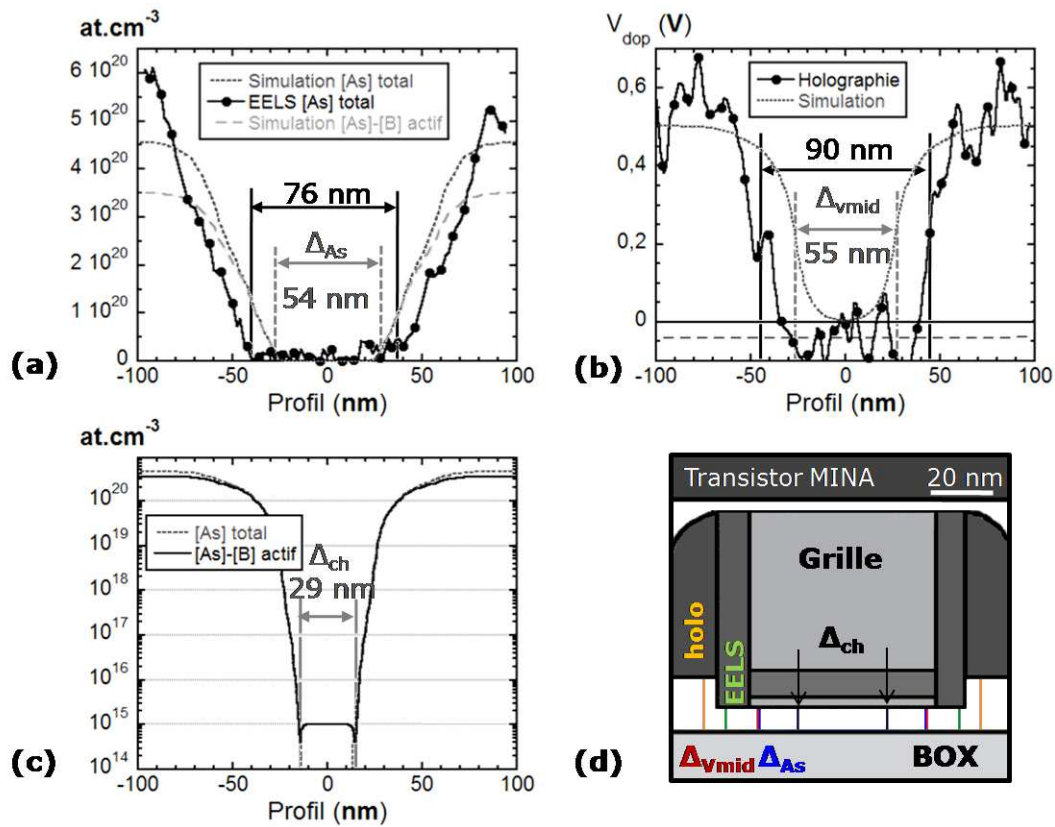


**FIGURE IV.15** – Analyse 2D du transistor 'FDSOI 60 nm' par holographie (c), EELS (a), et simulation TCAD (b, d). Les 4 figures sont alignées et mises à l'échelle sur le même calibre du dispositif, dont la forme apparaît en traits pleins sur les images (a) et (c). Dans la cartographie (a), le NiSi et le TiN sont représenté en bleu foncé. Les profils extraits selon les traits pointillés sont reporté dans la figure (IV.16).

$4,5 \times 10^{20} \text{ at.cm}^{-3}$ ). La simulation sous-estime donc le profil d'arsenic dans toute la structure aussi bien dans la zone de fort dopage (EELS) que dans les extensions latérales (holographie).

Nous observons un écart de 22 nm entre l'estimation de la longueur du canal simulée par TCAD et la cartographie obtenue par EELS (figure (IV.16)(a)). D'après l'EELS, la simulation surestime la diffusion latérale de l'arsenic dans le canal. Cet écart explique en partie la baisse de concentration de dopants dans le drain et la source simulés. D'autre part, la simulation surestime la longueur de canal effectif de 46 nm par rapport à l'holographie (la figure (IV.16)(b)). Nous pouvons imputer une partie de cette distance à la sur-estimation de la diffusion latérale en simulation. La mesure holographique indique qu'il y a également une sur-estimation de la diffusion à basse concentration du profil d'arsenic et une importante sous-estimation de la longueur effective du canal. La mesure directe du potentiel électrostatique des dispositifs donne à l'holographie un avantage certain dans la calibration des outils de simulation. En effet, les caractéristiques électriques du transistor vont être très sensibles aux profils source et drain aux concentrations inférieures à  $10^{19} \text{ at.cm}^{-3}$  et régissant le comportement électrique du dispositif.

Par rapport aux transistors de test étudiés en section IV.1, le processus de fabrication du dispositif fonctionnel est plus complexe. Les phénomènes de diffusion mis en jeu ont conduit à une forte sur-estimation de la diffusion latérale de l'arsenic mise en évidence par l'holographie et l'EELS. L'holographie est donc un outil permettant une analyse fine des cartographies 2D de dopants participant au fonctionnement électrostatique des dispositifs et la calibration des outils de simulation des procédés.



**FIGURE IV.16** – Profil linéaire de concentration d'arsenic (a), de potentiel (b), et représentation logarithmique des concentration simulée (c). Les positions représentatives des profils sont indiquées dans (d). L'analyse permet d'estimer la distance entre les potentiels moyens ( $\Delta_{VMID}$ ), la longueur du canal chimique ( $\Delta_{ch}$ ), et la distance entre les profils d'arsenic dans le drain et la source ( $\Delta_{As}$ ).

### IV.3 Conclusion : étude de dispositifs sur film

En conclusion, la reconstruction inverse de la concentration de dopants à partir du potentiel expérimental n'est pas possible, mais la répartition de dopants est une donnée intermédiaire dans la détermination du comportement électrique d'un dispositif. Au contraire, le potentiel électrostatique mesuré par l'holographie indique directement les niveaux de Fermi d'un matériau. L'holographie permet de mesurer la barrière de potentiel et la largeur de canal effective dans un transistor. Des paramètres électriques comme la tension de seuil et le gain d'un transistor peuvent facilement être estimés à partir d'une cartographie de potentiel.

Les transistors FDSOI comportent un canal déplété de porteurs. Ils ne peuvent pas être décrits de la même manière que les jonctions  $p-n$  abruptes. La position de la jonction électrique est définie par le point d'inflexion du potentiel électrostatique. La position du potentiel moyen est une bonne estimation de la position de la jonction (dans le cas FDSOI). Un point d'inflexion étant difficile à mesurer, nous avons privilégié cette approche lors de nos observations.

$$\Delta V_{dop} = 0 \quad \langle \simeq \rangle \quad V_{dop} = \frac{V_{dop \min} + V_{dop \max}}{2}.$$

La position de la jonction électrique est particulièrement stable. Elle est invariante par filtrage basse fréquence, introduction statistique de bruit, et sa position n'est pas modifiée par l'accumulation de charges créées par le MET. De plus, elle correspond à une pente de potentiel maximale. La sensibilité en potentiel (0,1 V) correspond à une erreur de position minimale ( $< 10$  nm).

Nous avons mis en place un protocole permettant de comparer directement les profils extraits de la simulation et de l'holographie sur des dispositifs de test. Le potentiel de l'holographie est pris dans les zones de source et de drain fixé à un potentiel de référence. Nous avons développé des macros permettant de superposer les images extraites de la simulation et de l'expérience. Nous étudions le potentiel selon trois profils : une section centrale représentant la diffusion latérale et deux profils proches de la grille et de l'oxyde enterré.

L'holographie est quantitative pour les dispositifs  $nMOS$  en technologie FDSOI. Nous avons démontré dans le chapitre III que les dopages  $n$  de concentration  $> 10^{19}$  at.cm $^{-3}$  ne subissaient pas les effets de l'accumulation de charges du MET. La réponse d'un canal déplété à un faisceau électronique est mise en évidence pour la première fois dans ce document. Nous supposons que la résistivité du silicium  $y$  est trop élevée pour qu'une accumulation de charges se produise.

Lors d'une mesure quantitative, La capacité à placer une jonction ne dépend donc que de la résolution spatiale ( $< 10$  nm) et de la sensibilité ( $< 0,1$  V). L'échantillon est tourné de quelques degrés pour supprimer le contraste de diffraction. Une dégradation de la résolution est donc introduite selon la direction perpendiculaire à l'axe de cette rotation. Il est préférable de tourner l'échantillon selon l'axe perpendiculaire au film de silicium (axe ( $y$ ) dans la figure (IV.13)(f)). Ainsi, l'oxyde de grille et l'oxyde enterré ne parasitent pas la mesure dans le silicium. De plus, la perte de résolution est alors potentiellement compensée par les symétries du potentiel de la jonction. Nous avons estimé la position de la jonction électrique avec une précision variant entre 5 nm, dépendante de la sensibilité et 8 nm, équivalente à la résolution spatiale de l'holographie.

Nous avons ensuite étudié un transistor fonctionnel par holographie électronique, simulation TCAD, et EELS. L'EELS étant une technique de MET, nous avons utilisé le même échantillon

pour l'holographie et la cartographie chimique. Nous minimisons donc les erreurs de reproductibilité de la préparation. L'échantillon a été préparé en FIB en face arrière à 5 keV. La rugosité de l'interface entre l'échantillon et l'amorphe ne crée pas de bruit de phase.

La cartographie chimique par EELS est un outil puissant pour la cartographie chimique 2D et peu de techniques donnent accès à une quantification dans le canal. Nous avons mis en évidence la ségrégation de l'arsenic aux parois de la grille et aux joints de grains dans le polysilicium. Son seuil de détection ( $10^{19}$  at.cm<sup>-1</sup>) et sa sensibilité linéaire à la concentration, en fait néanmoins une technique à perfectionner.

Le transistor étudié est un transistor sur un film de 8 nm de 60 nm de grille. Nous avons atteint une résolution spatiale de 4 nm et une sensibilité de 0,05 V en holographie. La surestimation de la diffusion latérale simulée a été vérifiée par EELS et holographie.

Ces travaux ont montré les performances de l'holographie pour la caractérisation des transistors '*nMOS*' et sa validité pour le calibrage des outils de la simulation.

De même, il serait intéressant de poursuivre l'étude des dispositifs de test en intégrant des transistors '*pMOS*' selon le même protocole. En effet, nous avons montré dans le chapitre III une dissymétrie des effets de charges entre les dopants *n* et *p*. La mobilité des trous et des électrons étant différentes, il pourrait également être intéressant de comparer les largeurs de jonction caractéristiques des transistors '*nMOS*' et '*pMOS*'.

# Conclusion

Cette thèse a été motivée par la volonté de rapprocher deux mondes de la micro-électronique : la simulation numérique et la caractérisation physico-chimique. Dans ce contexte, l'objectif a été d'utiliser l'holographie électronique pour calibrer les simulateurs TCAD afin d'obtenir les résultats les plus quantitatifs possibles sur la répartition de dopants dans des films minces de silicium.

Nous avons étudié des échantillons de complexité croissante (vide, jonctions  $p$ - $n$ , transistors de test, et transistor réel), qui nous ont permis de dégager trois axes de recherche.

- L'optimisation de la microscopie électronique pour l'holographie (bruit, artefacts, et résolution spatiale).
- L'influence de la préparation d'échantillons sur les résultats en holographie.
- La mise en place d'une méthodologie afin de relier les résultats de l'holographie et les simulations, dans le cas particulier des substrats SOI.

L'étude d'hologrammes dans le vide a permis d'optimiser le microscope TECNAI de STM pour un fonctionnement en mode holographique et d'en évaluer les performances [180]. Une loi de comportement statistique du bruit et son domaine de validité ont été vérifiés. Les abaques obtenus permettent d'estimer le bruit de phase d'un hologramme en fonction des paramètres d'acquisition et de la visibilité des franges, nous avons montré que la visibilité des franges est un bon indicateur du bruit de phase. Un contraste  $> 10\%$  est requis pour qu'un hologramme soit exploitable et un contraste  $> 25\%$  indique un hologramme d'excellente qualité.

L'observation d'échantillons préparés par polissage mécano-chimique a été comparée à une simulation de potentiel électrostatique créé par les charges induites par le faisceau MET (logiciel Atlas de Silvaco). Nous avons constaté que la présence d'une couche inactive aux parois induisant une sous-estimation du potentiel. Ces expériences invalident une supposition courante selon laquelle la préparation par polissage ne provoque pas d'artefacts.

En parallèle, nous avons développé un modèle de simulation reproduisant le profil d'ions gallium implantés et de défauts ponctuels en surface lors de l'usinage des échantillons par FIB. Le modèle est basé sur la simulation d'implantation Monte Carlo et prend en compte l'érosion de matière sous le faisceau. Nous avons ainsi pu justifier que la gravure par FIB se produit ligne par ligne, avec un front de gravure local orienté entre  $30^\circ$  et  $40^\circ$  selon l'énergie du faisceau. Les simulations ont été validées à l'aide de comparaisons à des profils SIMS.

La relation entre concentration de défauts ponctuels et désactivation des dopants n'est pas triviale. Un travail important est encore nécessaire avant de pouvoir simuler l'impact du FIB sur un échantillon. En attente de ces résultats, l'expérimentation a montré l'existence d'une couche inactive



cristalline plus importante que lors de la préparation par polissage. L'évolution de cette épaisseur avec le niveau de dopage suggère que les échantillons préparés par FIB sont également sujets à l'accumulation de charges en provenance du faisceau électronique et que les défauts cristallins aggravent la situation. Ces résultats ont fait l'objet d'une publication [75] durant la thèse.

Les études de transistors par holographie électronique sont nombreuses dans la littérature [86, 85, 71, 79, 72, 231], mais peu d'entre elles sont corrélées à la simulation numérique de répartition des dopants [64, 73]. Les instruments de dernière génération sur lesquels nous avons travaillé nous ont permis d'observer, avec une résolution spatiale de quelques nanomètres, des dispositifs en cours de développement dans les laboratoires de recherche et développement de la microélectronique.

La répartition des porteurs de charge dans les transistors FDSOI est très différente de celle dans les jonctions que nous avons étudiées. Cependant, nous avons montré que l'holographie est quantitative sur les '*nMOS*' FDSOI et permet de séparer les jonctions de deux échantillons tests, distantes de 8 nm. Pour mettre en relation les images de l'holographie avec celles de la simulation, nous avons développé un logiciel, aidant à extraire les caractéristiques importantes du transistor : position des interfaces, position de l'arête ... Nous estimons que l'holographie permet généralement le délinéa-ment d'une jonction à 5 nm près (nous estimons notre meilleure performance à moins de 4 nm sur un transistor réel). Cette valeur est fonction de la résolution spatiale et du bruit de phase. Le bruit de phase est limité par la stabilité du microscope (nous avons vu que le bruit dû à une préparation par FIB à 5 keV était secondaire). Ce facteur détermine également la résolution spatiale, en raison du compromis de réglage du potentiel du biprisme. C'est donc l'évolution des MET futurs et les efforts accomplis sur leur stabilité, qui déterminera si l'holographie est adaptée aux transistors à canal court ( $L_G < 20\text{ nm}$ ). Actuellement, le "Titan cube" de FEI, la version améliorée du "Titan", est en phase d'acquisition au LETI.

Nous avons finalement réalisé l'étude d'un dispositif réel à large grille. L'EELS nous a permis d'obtenir une cartographie de la concentration de dopant dans le film et l'holographie une cartogra- phie de la répartition de porteurs. Grâce à la simulation TCAD, nous avons comparé les résultats obtenus par les deux techniques. Nous avons démontré l'intérêt d'utiliser la microscopie électronique pour obtenir, avec un seul échantillon, des informations sur la diffusion du profil (profil chimique) et sur la forme de la barrière de potentiel dans le canal (holographie). Il est par contre très difficile d'obtenir la concentration de dopants à partir de l'holographie, par reconstruction inverse.

Le point bloquant de l'holographie électronique pour la mesure de dopants est aujourd'hui la préparation d'échantillon. Lors de la préparation "tripode", l'accumulation de charge est favorisée par la présence de l'oxyde natif sur l'échantillon. Le dépôt d'une couche de carbone sur une des faces ou une attaque sélective de l'oxyde permettent de rendre l'holographie quantitative [81, 67]. Ces techniques sont déjà utilisées, mais pourraient être validées systématiquement sur des échantillons à grand angle, afin de déterminer s'il y a formation d'une couche inactive et une réduction du potentiel. A terme, pour continuer à être utilisé, le polissage "tripode" devra également permettre la création d'une zone de vide sur un biseau d'angle faible, par exemple en utilisant une résine sacrificielle.

La préparation par FIB peut encore être améliorée en utilisant une abrasion ionique à base d'argon en complément du gallium. L'utilisation d'instruments de dernières générations, dotés de plusieurs colonnes ioniques, pourrait permettre de réduire encore les épaisseurs inactives en holographie. Une autre approche pour optimiser l'utilisation du FIB est de prendre en compte la préparation d'échan- tillon dans l'enchaînement complet des simulations TCAD : simulation du procédé de fabrication,

puis simulation des caractéristiques électriques. Pour une comparaison directe avec l'expérimentation, la simulation TCAD pourrait être renforcée par un module de simulation de préparation d'échantillon. La simulation de la préparation par MET se situerait après la simulation de procédé et intégrerait la mise en forme de la lamelle MET, l'implantation de gallium en 3D (avec érosion) et l'accumulation des charges créées par le faisceau pendant l'observation.

A cette fin, le modèle surfacique d'accumulation a montré ses limites et il est nécessaire pour une meilleure estimation de développer un modèle plus complexe de création des charges sous le faisceau MET. De même, il existe un vide théorique à combler entre l'estimation des défauts lors de la préparation par FIB et leur effet sur l'activation des dopants.

# Bibliographie

- [1] D. Mustaine, M. Friedman, N. Menza, and D. Ellefson, "A tout le monde," *Youthanasia*, no. 16, 2004.
- [2] J. Colinge, "Multiple-gate SOI MOSFETs," *Solid State Electronics*, vol. 48, no. 6, pp. 897–905, 2004.
- [3] D. Frank, R. Dennard, E. Nowak, P. Solomon, Y. Taur, H. Wong, *et al.*, "Device scaling limits of Si MOSFETs and their application dependencies," *Proceedings-IEEE*, vol. 89, no. 3, pp. 259–288, 2001.
- [4] G. Celler and S. Cristoloveanu, "Frontiers of silicon-on-insulator," *Journal of Applied Physics*, vol. 93, pp. 49–55, 2003.
- [5] T. Eimori, T. Oashi, F. Morishita, T. Iwamatsu, Y. Yamaguchi, F. Okuda, K. Shimomura, H. Shimano, N. Sakashita, K. Arimoto, *et al.*, "Approaches to extra low voltage DRAM operation by SOI-DRAM," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 45, no. 5, pp. 1000–1009, 1998.
- [6] S. Liu, W. Jenkins, and H. Hughes, "Total dose radiation hard 0.35  $\mu\text{m}$  SOI CMOS technology," *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 45, no. 6 Part 1, pp. 2442–2449, 1998.
- [7] A. Auberton-Herve, "SOI : Materials to systems," in *International Electron Devices Meeting*, pp. 3–10, 1996.
- [8] P. Chakraborty, "Ultra-high depth resolution sims for the interface analysis of complex low-dimensional structures," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 266, no. 8, pp. 1858–1865, 2008. Ion Beam Analysis - Proceedings of the Eighteenth International Conference on Ion Beam Analysis, Eighteenth International Conference on Ion Beam Analysis.
- [9] A. R. Chanbasha and A. T. S. Wee, "Depth resolution studies in sige delta-doped multilayers using ultralow-energy  $cs^+$  secondary ion mass spectrometry," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 25, no. 1, pp. 277–285, 2007.
- [10] D. Simons, K. Kim, R. Benbalagh, J. Bennett, A. Chew, D. Gehre, T. Hasegawa, C. Hitzman, J. Ko, R. Lindstrom, B. MacDonald, C. Magee, N. Montgomery, P. Peres, P. Ronsheim, S. Yoshikawa, M. Schuhmacher, W. Stockwell, D. Sykes, M. Tomita, F. Toujou, and J. Won, "Round-robin study of arsenic implant dose measurement in silicon by sims," *Applied Surface Science*, vol. 252, no. 19, pp. 7232–7235, 2006. Proceedings of the Fifteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, - SIMS XV.
- [11] E. de Chambost, A. Merkulov, P. Peres, B. Rasser, and M. Schuhmacher, "Latest developments for the cameca ule-sims instruments : Ims wf and sc-ultra," *Applied Surface Science*, vol. 231–232, pp. 949–953, 2004. Proceedings of the Fourteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry and Related Topics.

- [12] S. Guharay, S. Douglass, and J. Orloff, "High-resolution primary ion beam probe for sims," *Applied Surface Science*, vol. 231-232, pp. 926–929, 2004. Proceedings of the Fourteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry and Related Topics.
- [13] S. Lozano-Perez, M. Kilburn, T. Yamada, T. Terachi, C. English, and C. Grovenor, "High-resolution imaging of complex crack chemistry in reactor steels by NanoSIMS," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 374, no. 1, pp. 61–68, 2008.
- [14] W. Vandervorst, "Semiconductor profiling with sub-nm resolution : Challenges and solutions," *Applied Surface Science*, vol. 255, no. 4, pp. 805–812, 2008.
- [15] A. Chanbasha and A. Wee, "Depth resolution studies in si-ge delta-doped multilayers using ultralow-energy  $o_2^+$  secondary-ion-mass spectrometry," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 24, no. 2, pp. 547–553, 2006.
- [16] A. Chanbasha and A. Wee, "Ultralow-energy sims for shallow semiconductor depth profiling," *Applied Surface Science*, vol. 255, no. 4, pp. 1307–1310, 2008. Proceedings of the Sixteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, SIMS XVI.
- [17] G. Gillen, J. Batteas, C. Michaels, P. Chi, J. Small, E. Windsor, A. Fahey, J. Verkouteren, and K. Kim, "Depth profiling using  $c_{60}^+$  sims-deposition and topography development during bombardment of silicon," *Applied Surface Science*, vol. 252, no. 19, pp. 6521–6525, 2006. Proceedings of the Fifteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, - SIMS XV.
- [18] M. Juhel and F. Laugier, "Sims depth profiling of si-ge :c structures in test pattern areas using low energy cesium with a cameca ims wf," *Applied Surface Science*, vol. 231-232, pp. 698–703, 2004. Proceedings of the Fourteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry and Related Topics.
- [19] M. Juhel, F. Laugier, D. Delille, C. Wyon, L. Kwakman, and M. Hopstaken, "Sims depth profiling of boron ultra shallow junctions using oblique  $o_2^+$  beams down to 150 ev," *Applied Surface Science*, vol. 252, no. 19, pp. 7211–7213, 2006. Proceedings of the Fifteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, - SIMS XV.
- [20] P. Ronsheim, P. Flaitz, M. Hatzistergos, C. Molella, K. Thompson, and R. Alvis, "Impurity measurements in silicon with d-sims and atom probe tomography," *Applied Surface Science*, vol. 255, no. 4, pp. 1547–1550, 2008. Proceedings of the Sixteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, SIMS XVI.
- [21] F. Toujou, S. Yoshikawa, Y. Homma, A. Takano, H. Takenaka, M. Tomita, Z. Li, T. Hasegawa, K. Sasakawa, M. Schuhmacher, A. Merkulov, H. Kim, D. Moon, T. Hong, and J. Won, "Evaluation of bn-delta-doped multilayer reference materials for shallow depth profiling in sims : round-robin test," *Applied Surface Science*, vol. 231-232, pp. 649–652, 2004. Proceedings of the Fourteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry and Related Topics.
- [22] S. Novak, C. Magee, and T. Büyüklımanlı, "Using accelerator techniques to verify details in sims profiles," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 241, no. 1-4, pp. 321–325, 2005. The Application of Accelerators in Research and Industry - Proceedings of the Eighteenth International Conference on the Application of Accelerators in Research and Industry (CAARI 2004).
- [23] D. Giubertoni, M. Bersani, M. Barozzi, S. Pederzoli, E. Iacob, J. van den Berg, and M. Werner, "Comparison between the sims and meis techniques for the characterization of ultra shallow arsenic implants," *Applied Surface Science*, vol. 252, no. 19, pp. 7214–7217, 2006. Proceedings of the Fifteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, - SIMS XV.

- [24] C. Magee, R. Hockett, T. Büyüklımanlı, I. Abdelrehim, and J. Marino, "Sims analyses of ultra-low-energy b ion implants in si : Evaluation of profile shape and dose accuracy," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 261, no. 1-2, pp. 594–599, 2007.
- [25] A. Cerezo, C. P.H., M. Galtrey, C. Humphreys, T. Kelly, D. Larson, S. Lozano-Perez, E. Marquis, R. Oliver, *et al.*, "Atom probe tomography today," *Materials Today*, vol. 10, no. 12, pp. 36–42, 2007.
- [26] N. Vanhove, P. Lievens, and W. Vandervorst, "Towards quantitative depth profiling with high spatial and high depth resolution," *Applied Surface Science*, vol. 255, no. 4, pp. 1360–1363, 2008. Proceedings of the Sixteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, SIMS XVI.
- [27] N. Vanhove, P. Lievens, and W. Vandervorst, "Particle emission from chemically enhanced electron-beam-induced etching of Si : An approach for zero-energy secondary-ion mass spectrometry," *Physical Review B*, vol. 79, no. 3, p. 35305, 2009.
- [28] T. Kelly and M. Miller, "Invited review article : Atom probe tomography," *Review of Scientific Instruments*, vol. 78, no. 3, p. 031101, 2007.
- [29] A. Cerezo, T. Godfrey, and G. Smith, "Application of a position-sensitive detector to atom probe microanalysis," *Review of Scientific Instruments*, vol. 59, no. 6, pp. 862–866, 1988.
- [30] D. Blavette, A. Bostel, J. Sarrau, B. Deconihout, and A. Menand, "An atom probe for three-dimensional tomography," 1993.
- [31] D. Blavette, B. Deconihout, A. Menand, and F. Vurpillot, *La Sonde Atomique Tridimensionnelle Laser*. 1995.
- [32] B. Deconihout. PhD thesis, Université de Rouen, 1993.
- [33] D. Blavette, B. Deconihout, S. Chambrelaud, and A. Bostel, "Three-dimensional imaging of chemical order with the tomographic atom-probe," *Ultramicroscopy*, vol. 70, no. 3, pp. 115–124, 1998.
- [34] G. Da Costa, F. Vurpillot, A. Bostel, M. Bouet, and B. Deconihout, "Design of a delay-line position-sensitive detector with improved performance," *Review of Scientific Instruments*, vol. 76, no. 1, p. 013304, 2005.
- [35] M. Miller and R. Forbes, "Atom probe tomography," *Materials Characterization*, vol. 60, no. 6, pp. 461–469, 2009.
- [36] J. Wilde, A. Cerezo, and G. Smith, "Three-dimensional atomic-scale mapping of a cottrell atmosphere around a dislocation in iron," *Scripta materialia*, vol. 43, no. 1, pp. 39–48, 2000.
- [37] E. Marquis, M. Miller, D. Blavette, S. Ringer, C. Sudbrack, and G. Smith, "Structural materials : understanding atomic scale microstructures," *Name : MRS Bulletin*, vol. 34, no. 10, 2009.
- [38] B. Gault, A. Menand, F. de Geuser, B. Deconihout, and R. Danoix, "Investigation of an oxide layer by femtosecond-laser-assisted atom probe tomography," *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 11, p. 114101, 2006.
- [39] M. Gilbert, F. Vurpillot, A. Vella, H. Bernas, and B. Deconihout, "Some aspects of the silicon behaviour under femtosecond pulsed laser field evaporation," *Ultramicroscopy*, vol. 107, no. 9, pp. 767–772, 2007.
- [40] B. Gault, F. Vurpillot, A. Vella, M. Gilbert, A. Menand, D. Blavette, and B. Deconihout, "Design of a femtosecond laser assisted tomographic atom probe," *Review of Scientific Instruments*, vol. 77, no. 4, p. 043705, 2006.

- [41] W. Zisman, "A new method of measuring contact potential differences in metals," *Review of Scientific Instruments*, vol. 3, no. 7, pp. 367–370, 1932.
- [42] H. Sugimura, Y. Ishida, K. Hayashi, O. Takai, and N. Nakagiri, "Potential shielding by the surface water layer in Kelvin probe force microscopy," *Applied Physics Letters*, vol. 80, p. 1459, 2002.
- [43] S. Sadewasser, T. Glatzel, R. Shikler, Y. Rosenwaks, and M. Lux-Steiner, "Resolution of Kelvin probe force microscopy in ultrahigh vacuum : comparison of experiment and simulation," *Applied Surface Science*, vol. 210, no. 1-2, pp. 32–36, 2003.
- [44] Y. Katano, T. Doi, H. Ohno, and K. Yoh, "Surface potential analysis on doping superlattice by electrostatic force microscope," *Applied Surface Science*, vol. 188, no. 3-4, pp. 399–402, 2002.
- [45] S. Park, N. Nguyen, J. Kopanski, J. Suehle, and E. Vogel, "Comparison of scanning capacitance microscopy and scanning kelvin probe microscopy in determining two-dimensional doping profiles of si homostructures," vol. 24, pp. 404–407, AVS, 2006.
- [46] B. Tsui, C. Hsieh, P. Su, S. Tzeng, and S. Gwo, "Two-dimensional carrier profiling by Kelvin-probe force Microscopy," *Japanese Journal of Applied Physics-Part 1 Regular Papers and Short Notes*, vol. 47, no. 6, pp. 4448–4453, 2008.
- [47] J. Kopanski, J. Marchiando, D. Berning, R. Alvis, and H. Smith, "Scanning capacitance microscopy measurement of two-dimensional dopant profiles across junctions," vol. 16, pp. 339–343, AVS, 1998.
- [48] N. Duhayon, T. Clarysse, P. Eyben, W. Vandervorst, and L. Hellemans, "Detailed study of scanning capacitance microscopy on cross-sectional and beveled junctions," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 20, no. 2, pp. 741–746, 2002.
- [49] O. Ligor, "Nanoscale characterization of ultra-thin dielectrics using scanning capacitance microscopy," *Frontiers of characterization and metrology for nanoelectronics : 2009*, 2009.
- [50] L. Ciampolini, F. Bertin, J. M. Hartmann, N. Rochat, P. Holliger, F. Laugier, and A. Chabli, "Ultrathin oxides for the scm analysis of sub-micron doping profiles," *Materials Science and Engineering B*, vol. 102, no. 1-3, pp. 113–118, 2003. E-MRS 2002 Symposium E : Advanced Characterisation of Semiconductors.
- [51] W. Chim, K. Wong, Y. Yeow, Y. Hong, Y. Lei, L. Teo, and W. Choi, "Monitoring oxide quality using the spread of the dC/dV peak in scanning capacitance microscopy measurements," *IEEE Electron Device Letters*, vol. 24, no. 10, p. 667, 2003.
- [52] P. Eyben, J. Mody, A. Nasir, A. Schulze, T. Hantschel, and W. Vandervorst, "Sub-nanometer two-dimensional carrier profiling in silicon mos technologies using high vacuum scanning spreading resistance microscopy," *ECS Meeting Abstracts*, vol. 902, no. 22, pp. 2004–2004, 2009.
- [53] P. Eyben, S. Denis, T. Clarysse, and W. Vandervorst, "Progress towards a physical contact model for scanning spreading resistance microscopy," *Materials Science and Engineering B*, vol. 102, no. 1-3, pp. 132–137, 2003.
- [54] L. Zhang, M. Saitoh, M. Koike, S. Takeno, H. Tanimoto, K. Adachi, N. Yasutake, and N. Kusunoki, "High-resolution and site-specific SSRM on S/D engineering," in *2010 International Workshop on Junction Technology (IWJT)*, pp. 1–5, 2010.
- [55] L. Zhang, K. Ohuchi, K. Adachi, K. Ishimaru, M. Takayanagi, and N. Fukushima, "Reproducible and High-Resolution Analysis on Ultra-Shallow-Junction CMOSFETs by Scanning Spreading Resistance Microscopy," in *International Workshop on Junction Technology, 2006. IWJT'06*, pp. 108–111, 2006.

- [56] J. Mody, P. Eyben, W. Polspoel, M. Jurczak, and W. Vandervorst, "Scanning spreading resistance microscopy for 3D-carrier Pprofiling in FinFET-based structures," *MRS Spring 2008*, 2008.
- [57] W. Vandervorst, M. Jurczak, J. Everaert, B. Pawlak, R. Duffy, J. Del-Agua-Bomiquel, and T. Poon, "Probing doping conformality in fin shaped field effect transistor structures using resistors," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 26, p. 396, 2008.
- [58] G. Servanton, R. Pantel, M. Juhel, and F. Bertin, "Two-dimensional quantitative mapping of arsenic in nanometer-scale silicon devices using stem eels-edx spectroscopy," *Micron*, vol. 40, no. 5-6, pp. 543–551, 2009.
- [59] G. Servanton and R. Pantel, "Arsenic dopant mapping in state-of-the-art semiconductor devices using electron energy-loss spectroscopy," *Micron*, vol. 41, no. 2, pp. 118–122, 2010.
- [60] P. Midgley, "An introduction to off-axis electron holography," *Micron*, vol. 32, no. 2, pp. 167–184, 2001.
- [61] T. Fujita and M. McCartney, "Phase recovery for electron holography using gerchberg-papoulis iterative algorithm," *Ultramicroscopy*, vol. 102, no. 4, pp. 279–286, 2005.
- [62] T. Fujita, K. Yamamoto, M. McCartney, and D. Smith, "Reconstruction technique for off-axis electron holography using coarse fringes," *Ultramicroscopy*, vol. 106, no. 6, pp. 486–491, 2006.
- [63] P. Midgley and R. Dunin-Borkowski, "Electron tomography and holography in materials science," *Nature Mater*, vol. 8, pp. 271–280, 2009.
- [64] N. Ikarashi, A. Toda, K. Uejima, K. Yako, T. Yamamoto, M. Hane, and H. Sato, "Electron holography for analysis of deep submicron devices : Present status and challenges," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 28, no. 1, pp. 5–10, 2010.
- [65] W. Rau, P. Schwander, F. Baumann, W. Höppner, and A. Ourmazd, "Two-dimensional mapping of the electrostatic potential in transistors by electron holography," *Physical Review Letters*, vol. 82, no. 12, pp. 2614–2617, 1999.
- [66] A. Thesen, B. Frost, and D. Joy, "Holographic voltage profiling on 75 nm gate architecture CMOS devices," *Ultramicroscopy*, vol. 94, no. 3, pp. 277–281, 2003.
- [67] M. McCartney, M. Gribelyuk, J. Li, P. Ronsheim, J. McMurray, and D. Smith, "Quantitative analysis of one-dimensional dopant profile by electron holography," *Applied Physics Letters*, vol. 80, p. 3213, 2002.
- [68] S. Chung, S. Johnson, D. Ding, Y. Zhang, D. Smith, and M. McCartney, "Quantitative Analysis of Dopant Distribution and Activation Across pn Junctions in AlGaAs/GaAs Light-Emitting Diodes Using Off-Axis Electron Holography," *IEEE transactions on electron devices*, vol. 56, no. 9, p. 1919, 2009.
- [69] P. Chakraborty, M. McCartney, J. Li, C. Gopalan, U. Singiseti, S. Goodnick, T. Thornton, and M. Kozicki, "Electron holographic characterization of nanoscale charge distributions for ultra shallow pn junctions in si," *Physica E : Low-dimensional Systems and Nanostructures*, vol. 19, no. 1-2, pp. 167–172, 2003. Fourth International Symposium on Nanostructures and Mesoscopic Systems.
- [70] D. Cooper, R. Truche, F. Laugier, F. Bertin, and A. Chabli, "Dopant profiling of silicon calibration specimens by off-axis electron holography," in *Microscopy Of Semiconducting Materials 2007* (A. Cullis and P. Midgley, eds.), vol. 120 of *Springer proceeding in physics*, pp. 399–402, 2008.

- [71] M. Gribelyuk, A. Domenicucci, P. Ronsheim, J. McMurray, and O. Gluschenkov, "Application of electron holography to analysis of submicron structures," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 26, p. 408, 2008.
- [72] M. Han, P. Fejes, Q. Xie, S. Bagchi, B. Taylor, J. Conner, and M. McCartney, "Quantitative analysis of 2-D electrostatic potential distributions in 90-nm Si pMOSFETs using off-axis electron holography," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 54, no. 12, pp. 3336–3341, 2007.
- [73] N. Ikarashi, M. Oshida, M. Miyamura, M. Saitoh, A. Mineji, and S. Shishiguchi, "Electron holography characterization of ultra shallow junctions in 30-nm-gate-length metal-oxide-semiconductor field-effect transistors," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 47, no. 4, pp. 2365–2368, 2008.
- [74] N. Duhayon, P. Eyben, M. Fouchier, T. Clarysse, W. Vandervorst, D. Alvarez, S. Schoemann, M. Ciappa, M. Stangoni, W. Fichtner, *et al.*, "Assessing the performance of two-dimensional dopant profiling techniques," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 22, p. 385, 2004.
- [75] D. Cooper, C. Ailliot, R. Truche, J. Barnes, J. Hartmann, and F. Bertin, "Experimental off-axis electron holography of focused ion beam-prepared si p-n junctions with different dopant concentrations," *Journal of Applied Physics*, vol. 104, no. 6, 2008.
- [76] D. Cooper, F. Bertin, P. Salles, and G. Benassayag, "Focused ion beam specimen preparation for off-axis electron holography using si, ga, and au ions," *Applied Physics Letters*, vol. 93, no. 4, p. 043510, 2008.
- [77] A. Twitchett-Harrison, T. Yates, S. Newcomb, R. Dunin-Borkowski, and P. Midgley, "High-resolution three-dimensional mapping of semiconductor dopant potentials," *Nano Lett*, vol. 7, no. 7, pp. 2020–2023, 2007.
- [78] P. Somodi, R. Dunin-Borkowski, A. Twitchett, C. Barnes, and P. Midgley, "Simulations of the electrostatic potential distribution in a TEM sample of a semiconductor device," in *CONFERENCE SERIES-INSTITUTE OF PHYSICS*, vol. 180, pp. 501–504, Philadelphia ; Institute of Physics ; 1999, 2003.
- [79] R. Dunin-Borkowski, S. Newcomb, T. Kasama, M. McCartney, M. Weyland, and P. Midgley, "Conventional and back-side focused ion beam milling for off-axis electron holography of electrostatic potentials in transistors," *Ultramicroscopy*, vol. 103, no. 1, pp. 67–81, 2005. Proceedings of the Ninth Conference on Frontiers of Electron Microscopy in Materials Science.
- [80] J. Li, M. McCartney, and D. Smith, "Semiconductor dopant profiling by off-axis electron holography," *Ultramicroscopy*, vol. 94, no. 2, p. 149, 2003.
- [81] P. Formanek and E. Bugiel, "Specimen preparation for electron holography of semiconductor devices," *Ultramicroscopy*, vol. 106, no. 4-5, pp. 365–375, 2006.
- [82] D. Cooper, J. Hartmann, B. Aventurier, F. Templier, and A. Chabli, "Quantitative dopant profiling of laser annealed focused ion beam-prepared silicon p-n junctions with nanometer-scale resolution," *Applied Physics Letters*, vol. 93, no. 18, p. 183509, 2008.
- [83] D. Cooper, P. Rivallin, J. Hartmann, A. Chabli, and R. Dunin-Borkowski, "Extending the detection limit of dopants for focused ion beam prepared semiconductor specimens examined by off-axis electron holography," *Journal of applied physics*, vol. 106, no. 6, 2009.
- [84] U. Muehle, A. Lenk, R. Weiland, and H. Lichte, "Characterisation of dopants distribution using electron holography and fib-based lift-off preparation," *Microelectronics and Reliability*, vol. 45, no. 9-11, pp. 1558–1561, 2005. Proceedings of the 16th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis.



- [85] P. Formanek and E. Bugiel, "On specimen tilt for electron holography of semiconductor devices," *Ultramicroscopy*, vol. 106, no. 4-5, pp. 292–300, 2006.
- [86] U. Singiseti, M. McCartney, J. Li, P. Chakraborty, S. Goodnick, M. Kozicki, and T. Thornton, "Two-dimensional electrical characterization of ultrashallow source/drain extensions for nanoscale mosfets," *Superlattices and Microstructures*, vol. 34, no. 3-6, pp. 301–310, 2003. Proceedings of the joint 6th International Conference on New Phenomena in Mesoscopic Structures and 4th International Conference on Surfaces and Interfaces of Mesoscopic Devices.
- [87] A. Orchowski, W. Rau, H. Rücker, B. Heinemann, P. Schwander, B. Tillack, and A. Ourmazd, "Local electrostatic potential and process-induced boron redistribution in patterned si/sige/si heterostructures," *Applied Physics Letters*, vol. 80, no. 14, pp. 2556–2558, 2002.
- [88] A. Twitchett, R. Dunin-Borkowski, R. Hallifax, R. Broom, and P. Midgley, "Off-axis electron holography of unbiased and reverse-biased focused ion beam milled si p-n junctions," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 11, no. 01, pp. 66–78, 2005.
- [89] M. Han, T. Hirayama, D. Smith, and M. McCartney, "In-situ characterization of 2d potential distributions in biased si n+-p junctions using off-axis electron holography," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 14, no. Supplement.
- [90] D. Wolf, A. Lubk, H. Lichte, and H. Friedrich, "Towards automated electron holographic tomography for 3d mapping of electrostatic potentials," *Ultramicroscopy*, vol. In Press, Corrected Proof, 2010.
- [91] G. Hobler and S. Selberherr, "Two-dimensional modeling of ion implantation induced point defects," *IEEE Transactions on Computer-Aided Design of Integrated Circuits and Systems*, vol. 7, no. 2, pp. 174–180, 1988.
- [92] M. Posselt and B. Schmidt, "Modeling of damage accumulation during ion implantation into single-crystalline silicon," in *Proceedings of the Fourth International Symposium of Process Physics and Modeling in Semiconductor Technology*, p. 4453, The Electrochemical Society, 1996.
- [93] M. Posselt, "3d modeling of ion implantation into crystalline silicon : influence of damage accumulation on dopant profiles," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 96, no. 1-2, pp. 163–167, 1995. Selected Papers of the Tenth International Conference on Ion Implantation Technology (IIT '94).
- [94] M. Posselt, B. Schmidt, T. Feudel, and N. Strecker, "Atomistic simulation of ion implantation and its application in Si technology," *Materials Science and Engineering B*, vol. 71, no. 1-3, pp. 128–136, 2000.
- [95] R. Smith, M. Harrison, and R. Webb, "Implantation of silicon using the boron cluster BF<sub>2</sub>," *Thin Solid Films*, vol. 343, pp. 602–604, 1999.
- [96] M. Jaraiz, G. Gilmer, D. Stock, and T. Diaz de La Rubia, "Defects from implantation in silicon by linked Marlow-molecular dynamics calculations," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 102, pp. 180–182, 1995.
- [97] M. Posselt and K. Heinig, "Comparison of BC and MD simulations of low-energy ion implantation," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 102, pp. 236–241, 1995.
- [98] S. Tian, "Predictive Monte Carlo ion implantation simulator from sub-keV to above 10 MeV," *Journal of Applied Physics*, vol. 93, p. 5893, 2003.
- [99] M. Posselt, "Dynamic simulation of damage accumulation during implantation of BF<sub>2</sub><sup>+</sup> molecular ions into crystalline silicon," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, vol. 102, pp. 167–172, 1995.

- [100] S. Tian, "Accurate monte carlo simulation of fluorine and bf<sub>2</sub> ion implantation into crystalline silicon," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 215, no. 3-4, pp. 403–412, 2004.
- [101] O. Kabadayi and H. Gümü, "Simulation of channelled ion ranges in crystalline silicon," *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 69, no. 5, pp. 367–372, 2004.
- [102] P. Pellegrino, P. Lévêque, H. Kortegaard-Nielsen, A. Hallén, J. Wong-Leung, C. Jagadish, and B. Svensson, "Separation of vacancy and interstitial depth profiles in proton- and boron-implanted silicon," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 186, no. 1-4, pp. 334–338, 2002.
- [103] G. Hobler and V. Moroz, "Initial Conditions for Transient Enhanced Diffusion : Beyond the Plus-Factor Approach," *Simulation of Semiconductor Processes and Devices, technical digest*, p. 34, 2001.
- [104] P. Fahey, P. Griffin, and J. Plummer, "Point defects and dopant diffusion in silicon," *Review of Modern Physics*, vol. 61, pp. 289–384, Apr 1989.
- [105] C. Fuller and J. Ditzenberger, "Diffusion of donor and acceptor elements in silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 27, no. 5, pp. 544–553, 1956.
- [106] S. Dunham and C. D. Wu, "Atomistic models of vacancy-mediated diffusion in silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 78, no. 4, pp. 2362–2366, 1995.
- [107] S. Hu, "General theory of impurity diffusion in semiconductors via the vacancy mechanism," *Physical Review*, vol. 180, no. 3, pp. 773–784, 1969.
- [108] S. Hu and S. Schmidt, "Interactions in sequential diffusion processes in semiconductors," *Journal of Applied Physics*, vol. 39, no. 9, pp. 4272–4283, 1968.
- [109] U. Gösele and H. Strunk, "High-temperature diffusion of phosphorus and boron in silicon via vacancies or via self-interstitials?," *Applied Physics A : Materials Science and Processing*, vol. 20, no. 4, pp. 265–273, 1979.
- [110] E. Collart, K. Weemers, N. Cowern, J. Politiek, P. Bancken, J. van Berkum, and D. Graves-teijn, "Low energy boron implantation in silicon and room temperature diffusion," *Nuclear Instruments and Methods in Phys Res-Section B Only-Beam Interact Mater Atoms*, vol. 139, no. 1, pp. 98–107, 1998.
- [111] A. Ural, P. B. Griffin, and J. D. Plummer, "Fractional contributions of microscopic diffusion mechanisms for common dopants and self-diffusion in silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 85, no. 9, pp. 6440–6446, 1999.
- [112] D. Mathiot and J. Pfister, "Dopant diffusion in silicon : A consistent view involving nonequilibrium defects," *Journal of Applied Physics*, vol. 55, p. 3518, 1984.
- [113] A. Merabet, "Simulations of arsenic and boron co-implanted in silicon during RTA for ultra-shallow junctions realizations," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 124, pp. 419–423, 2005.
- [114] F. Boucard, F. Roger, I. Chakarov, V. Zhuk, M. Temkin, X. Montagner, E. Guichard, and D. Mathiot, "A comprehensive solution for simulating ultra-shallow junctions : From high dose/low energy implant to diffusion annealing," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 124-125, pp. 409–414, 2005. EMRS 2005, Symposium D - Materials Science and Device Issues for Future Technologies.
- [115] M. Sztucki, T. Metzger, S. Milita, F. Berberich, N. Schell, J. Rouvière, and J. Patel, "Depth resolved investigations of boron implanted silicon," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 200, pp. 52–59, 2003.

- [116] M. Mouis, H. J. Gregory, S. Denorme, D. Mathiot, P. Ashburn, D. J. Robbins, and J. L. Glasper, "Physical modelling of the enhanced diffusion of boron due to ion implantation in thin-base npn bipolar transistors," *Microelectronics Journal*, vol. 26, no. 2-3, pp. 255 – 259, 1995.
- [117] I. Mica, L. Di Piazza, L. Laurin, M. Mariani, A. Mauri, M. Polignano, E. Ricci, F. Sammiceli, and G. Spoldi, "The role of the substrate in the high energy boron implantation damage recovering," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 159, pp. 168–172, 2009.
- [118] O. Velichko and N. Kniazhava, "Modeling of the long-range interstitial migration of ion implanted boron," *Computational Materials Science*, 2010.
- [119] F. Cristiano, X. Hebras, N. Cherkashin, A. Claverie, W. Lerch, and S. Paul, "Clusters formation in ultralow-energy high-dose boron-implanted silicon," *Applied Physics Letters*, vol. 83, no. 26, pp. 5407–5409, 2003.
- [120] P. Rousseau, P. Griffin, and J. Plummer, "Electrical deactivation of arsenic as a source of point defects," *Applied Physics Letters*, vol. 65, no. 5, pp. 578–580, 1994.
- [121] P. Fastenko, *Modeling and simulation of Arsenic Activation and diffusion in silicon*. PhD thesis, University of Washington, 2002.
- [122] S. Solmi, M. Ferri, M. Bersani, D. Giubertoni, and V. Soncini, "Transient enhanced diffusion of arsenic in silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 94, no. 8, pp. 4950–4955, 2003.
- [123] D. Nobili, S. Solmi, A. Parisini, M. Derdour, A. Armigliato, and L. Moro, "Precipitation, aggregation, and diffusion in heavily arsenic-doped silicon," *Phys. Rev. B*, vol. 49, pp. 2477–2483, Jan 1994.
- [124] R. Pinacho, M. Jaraiz, P. Castrillo, I. Martin-Bragado, J. E. Rubio, and J. Barbolla, "Modeling arsenic deactivation through arsenic-vacancy clusters using an atomistic kinetic monte carlo approach," *Applied Physics Letters*, vol. 86, no. 25, p. 252103, 2005.
- [125] S. Crowder, C. Hsieh, P. Griffin, and J. Plummer, "Effect of buried si-sio<sub>2</sub> interfaces on oxidation and implant-enhanced dopant diffusion in thin silicon-on-insulator films," *Journal of Applied Physics*, vol. 76, no. 5, pp. 2756–2764, 1994.
- [126] P. Fazzini, F. Cristiano, C. Dupré, S. Paul, T. Ernst, H. Kheyranish, K. Bourdelle, and W. Lerch, "Evolution of end-of-range defects in silicon-on-insulator substrates," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 154, pp. 256–259, 2008.
- [127] P. Fazzini, F. Cristiano, C. Dupré, A. Claverie, T. Ernst, and M. Gavelle, "Defect evolution after germanium preamorphization in silicon on insulator structures," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 26, p. 342, 2008.
- [128] K. Mok, B. Colombeau, M. Jaraiz, P. Castrillo, J. Rubio, R. Pinacho, M. Srinivasan, F. Benistant, I. Martin-Bragado, and J. Hamilton, "Modeling and Simulation of the Influence of SOI Structure on Damage Evolution and Ultra-Shallow Junction Formed by Ge Preamorphization Implants and Solid Phase Epitaxial Regrowth," in *Materials Research Society Symposium Proceedings*, vol. 912, p. 99, Warrendale, Pa. ; Materials Research Society ; 1999, 2006.
- [129] J. Hamilton, N. Cown, J. Sharp, K. Kirkby, E. Collart, B. Colombeau, M. Bersani, D. Giubertoni, and A. Parisini, "Diffusion and activation of ultrashallow B implants in silicon on insulator : End-of-range defect dissolution and the buried Si/ SiO interface," *Applied Physics Letters*, vol. 89, p. 042111, 2006.
- [130] J. Hamilton, K. Kirkby, N. Cown, E. Collart, M. Bersani, D. Giubertoni, S. Gennaro, and A. Parisini, "Boron deactivation in preamorphized silicon on insulator : Efficiency of the buried oxide as an interstitial sink," *Applied Physics Letters*, vol. 91, no. 9, p. 092122, 2007.

- [131] H. Vuong, H. Gossmann, L. Pelaz, G. Celler, D. Jacobson, D. Barr, J. Hergenrother, D. Monroe, V. Venezia, C. Rafferty, S. Hillenius, J. McKinley, F. Stevie, and C. Granger, "Boron pileup and clustering in silicon-on-insulator films," *Applied Physics Letters*, vol. 75, no. 8, pp. 1083–1085, 1999.
- [132] G. Chaussemy, C. Gontrand, S. Kumar, B. Canut, D. Barbier, and A. Laugier, "Rapid Thermal Annealing of Arsenic Implanted Monocrystalline Silicon," *physica status solidi (a)*, vol. 124, no. 1, pp. 103–114, 2006.
- [133] F. Lau, L. Mader, C. Mazure, C. Werner, and M. Orlowski, "A model for phosphorus segregation at the silicon-silicon dioxide interface," *Applied Physics A : Materials Science and Processing*, vol. 49, no. 6, pp. 671–675, 1989.
- [134] W. Lerch, S. Paul, J. Niess, S. McCoy, J. Gelpey, F. Cristiano, F. Severac, P. Fazzini, A. Martinez-Limia, P. Pichler, *et al.*, "Advanced activation trends for boron and arsenic by combinations of single, multiple flash anneals and spike rapid thermal annealing," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 154, pp. 3–13, 2008.
- [135] J. Schermer, A. Martinez-Limia, P. Pichler, C. Zechner, W. Lerch, and S. Paul, "On a computationally efficient approach to boron-interstitial clustering," *Solid-State Electronics*, vol. 52, no. 9, pp. 1424 – 1429, 2008. Papers Selected from the 37th European Solid-State Device Research Conference - ESSDERC'07.
- [136] M. Uematsu, "Simulation of clustering and transient enhanced diffusion of boron in silicon," *Journal of Applied Physics*, vol. 84, no. 9, pp. 4781–4787, 1998.
- [137] M. Castell, D. Muller, and P. Voyles, "Dopant mapping for the nanotechnology age," *Nature Materials*, vol. 2, no. 3, pp. 129–131, 2003.
- [138] O. Douheret, *High resolution electrical characterization of III-V materials and devices*. PhD thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden, 2004.
- [139] F. Giannazzo, V. Raineri, and F. Priolo, "Two dimensional boron diffusion determination by scanning capacitance microscopy," *Materials Science and Engineering B*, vol. 91-92, pp. 220–223, 2002.
- [140] F. Giannazzo, S. Mirabella, V. Raineri, D. D. Salvador, E. Napolitani, A. Terrasi, A. Carnera, A. Drigo, and F. Priolo, "Two-dimensional interstitial diffusion in silicon monitored by scanning capacitance microscopy," *Materials Science and Engineering B*, vol. 102, no. 1-3, pp. 148–151, 2003. E-MRS 2002 Symposium E : Advanced Characterisation of Semiconductors.
- [141] M. Ngamo, S. Duguay, P. Pichler, K. Daoud, and P. Pareige, "Characterization of arsenic segregation at si/sio2 interface by 3d atom probe tomography," *Thin Solid Films*, vol. 518, no. 9, pp. 2402–2405, 2010. Proceedings of the EMRS 2009 Summer Meeting Symposium I : Silicon and germanium issue for future CMOS devices.
- [142] J. Moore, K. Jones, H. Kennel, and S. Corcoran, "3-d analysis of semiconductor dopant distributions in a patterned structure using leap," *Ultramicroscopy*, vol. 108, no. 6, pp. 536–539, 2008.
- [143] M. Stangoni, M. Ciappa, and W. Fichtner, "Assessment of the analytical capabilities of scanning capacitance and scanning spreading resistance microscopy applied to semiconductor devices," *Microelectronics and Reliability*, vol. 45, no. 9-11, pp. 1532–1537, 2005. Proceedings of the 16th European Symposium on Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis.
- [144] J. Heo, D. Kim, C. Kim, and I. Chung, "Qualitative doping area characterization of sonos transistor utilizing scanning capacitance microscopy (scm) and scanning spread resistance microscopy (ssrm)," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 124-125, pp. 301–304, 2005. EMRS 2005, Symposium D - Materials Science and Device Issues for Future Technologies.

- [145] L. Zhang, H. Tanimoto, K. Adachi, and A. Nishiyama, "1-nm spatial resolution in carrier profiling of ultrashallow junctions by scanning spreading resistance microscopy," *IEEE Electron device Letters*, vol. 741, p. 3106.
- [146] W. Rau and A. Orchowski, "Mapping of process-induced dopant redistributions by electron holography," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 10, no. 04, pp. 462–469, 2004.
- [147] P. Eyben, T. Janssens, and W. Vandervorst, "Scanning spreading resistance microscopy (SSRM) 2d carrier profiling for ultra-shallow junction characterization in deep-submicron technologies," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 124, pp. 45–53, 2005.
- [148] P. Ronsheim, M. Hatzistergos, and S. Jin, "Dopant measurements in semiconductors with atom probe tomography," *Journal of Vacuum Science and Technology B*, vol. 28, no. 1, 2010.
- [149] L. Pei, G. Duscher, C. Steen, P. Pichler, H. Ryssel, E. Napolitani, D. De Salvador, A. Piro, A. Terrasi, F. Severac, *et al.*, "Detailed arsenic concentration profiles at Si/SiO interfaces," *Journal of Applied Physics*, vol. 104, p. 043507, 2008.
- [150] L. Ciampolini, M. Ciappa, P. Malberti, and W. Fichtner, "Computational investigation of the accuracy of constant-dc scanning capacitance microscopy for ultra-shallow doping profile characterization," *Solid-State Electronics*, vol. 46, no. 3, pp. 445–449, 2002.
- [151] P. Malberti, L. Ciampolini, M. Ciappa, and W. Fichtner, "Quantification of scanning capacitance microscopy measurements for 2d dopant profiling," *Microelectronics Reliability*, vol. 40, no. 8-10, pp. 1395–1399, 2000. Reliability of Electron Devices, Failure Physics and Analysis.
- [152] O. Jeandupeux, V. Marsico, A. Acovic, P. Fazan, H. Brune, and K. Kern, "Use of scanning capacitance microscopy for controlling wafer processing," *Microelectronics Reliability*, vol. 42, no. 2, pp. 225–231, 2002.
- [153] "International technology roadmap for semiconductors, 2008 release," tech. rep., ITRS, 2008.
- [154] E. Völkl, L. Allard, and D. Joy, *Introduction to electron holography*. Plenum, 1999.
- [155] J. Cowley, "Twenty forms of electron holography," *Ultramicroscopy*, vol. 41, no. 4, pp. 335–348, 1992.
- [156] P. Merli, G. Missirol, and G. Pozzi, "electron interferometry with elmiskop 101 electron-microscope," *Journal of physics E-scientific instrument*, vol. 7, no. 9, pp. 729–732, 1974.
- [157] D. Williams and C. Carter, *Transmission Electron Microscopy*. Plenum Press, 1996.
- [158] A. Twitchett, R. Dunin-Borkowski, and P. Midgley, "Electron holography of biased semiconductor devices," in *Conference series-institute of physics*, vol. 180, pp. 497–500, Philadelphia ; Institute of Physics ; 1999, 2003.
- [159] T. Latychevskaia, P. Formanek, C. Koch, and A. Lubk, "Off-axis and inline electron holography : Experimental comparison," *Ultramicroscopy*, vol. In Press, Corrected Proof, 2009.
- [160] R. Dunin-Borkowski, M. McCartney, and D. Smith, "Electron holography of nanostructured materials," *Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology*, vol. 3, no. 1, pp. 41–99, 2004.
- [161] Y. Taur and T. Ning, "Fundamentals of modern vlsi devices," 1998.
- [162] S. Sze and K. Ng, *Physics of semiconductor devices*. Wiley India Pvt. Ltd., 2008.
- [163] K. Ng, *Complete guide to semiconductor devices*. McGraw-Hill New York, 1995.
- [164] Y. Tsividis, *Operation and Modeling of the MOS Transistor*. McGraw-Hill, Inc. New York, NY, USA, 1987.
- [165] M. Herniter and W. Getty, "High current density results from a lab6 thermionic cathode electron gun," *Plasma Science, IEEE Transactions on*, vol. 18, no. 6, pp. 992–1001, 1990.

- [166] M. Herniter and W. Getty, "Thermionic cathode electron gun for high current densities," *Plasma Science, IEEE Transactions on*, vol. 15, no. 4, pp. 351–360, 1987.
- [167] B. Freitag, S. Kujawa, P. Mul, J. Ringnald, and P. Tiemeijer, "Breaking the spherical and chromatic aberration barrier in transmission electron microscopy," *Ultramicroscopy*, vol. 102, no. 3, pp. 209–214, 2005.
- [168] C. Koch, W. Sigle, R. Hoeschen, M. Ruehle, E. Essers, G. Benner, and M. Matijevic, "Sesam : Exploring the frontiers of electron microscopy," *Microscopy and microanalysis*, vol. 12, no. 6, pp. 506–514, 2006.
- [169] M. Otten, P. Mul, and M. de Jong, "Manufacturers' corner-design and performance of the cm20 feg field emission tem," *Microscopy Microanalysis Microstructures*, vol. 3, no. 1, pp. 83–92, 1992.
- [170] M. Otten and W. Coene, "High-resolution imaging on a field emission tem," *Ultramicroscopy*, vol. 48, no. 1-2, pp. 77–91, 1993.
- [171] M. Schofield, M. Beleggia, Y. Zhu, and G. Pozzi, "Characterization of jeol 2100f lorentz-tem for low-magnification electron holography and magnetic imaging," *Ultramicroscopy*, vol. 108, no. 7, pp. 625–634, 2008.
- [172] R. Egerton, *Electron Energy Loss Spectroscopy in the electron microscope*. Plenum, 1986.
- [173] H. Lichte, "Electron holography : optimum position of the biprism in the electron microscope," *Ultramicroscopy*, vol. 64, no. 1-4, pp. 79–86, 1996.
- [174] R. Egerton, P. Li, and M. Malac, "Radiation damage in the tem and sem," *Micron*, vol. 35, no. 6, pp. 399–409, 2004. International Wuhan Symposium on Advanced Electron Microscopy.
- [175] R. Herrmann and L. Reimer, "Backscattering coefficient of multicomponent specimens," *Scanning*, vol. 6, no. 1, pp. 20–29, 1984.
- [176] F. Lenz, "Zur streuung mittelschneller elctronen in kleinste winkel," *Zeitschrift fur naturforschung section A-A Journal of physical science*, vol. 9, no. 3, pp. 185–204, 1954.
- [177] M. McCartney, D. Smith, R. Farrow, and R. Marks, "Off-axis electron holography of epitaxial fept films," *Journal of Applied Physics*, vol. 82, pp. 2461–2465, 1997.
- [178] L. Landau and E. Lifshich, "Physique théorique. tome i : Mécanique," 1988.
- [179] B. Cagnac and J. Pebay-Peyroula, *Physique atomique*. Dunod, 1975.
- [180] C. Ailliot, "Utilisation de l'holographie électronique pour la caractérisation 2d des dopants au leti et à stm," tech. rep., CEA/LETI, 2009.
- [181] H. Lichte, "Performance limits of electron holography," *Ultramicroscopy*, vol. 108, no. 3, pp. 256–262, 2008.
- [182] A. Harscher and H. Lichte, "Experimental study of amplitude and phase detection limits in electron holography," *Ultramicroscopy*, vol. 64, no. 1-4, pp. 57–66, 1996.
- [183] H. Lichte, K. Herrmann, and F. Lenz, "Electron noise in off-axis image plane holography," *Optik(Stuttgart)*, vol. 77, no. 3, pp. 135–140, 1987.
- [184] M. Lehmann and H. Lichte, "Tutorial on off-axis electron holography," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 8, no. 06, pp. 447–466, 2004.
- [185] D. Cooper, A. Twitchett-Harrison, P. Midgley, and R. Dunin-Borkowski, "The influence of electron irradiation on electron holography of focused ion beam milled gaas *p-n* junctions," *Journal of Applied Physics*, vol. 101, no. 9, pp. 094–508, 2007.

- [186] J. Benedict, R. Anderson, and S. Klepeis, "Recent developments in the use of the tripod polisher for tem specimen preparation," in *Specimen preparation for transmission electron microscopy of materials III : symposium held December 5-6, 1991, Boston, Mass., USA*, p. 121, Materials Research Society, 1992.
- [187] S. Klepeis, J. Benedict, and R. Anderson, "Specimen preparation for transmission electron microscopy," *Materials Research Society, Boston*, p. 179, 1988.
- [188] J. Benedict, S. Klepeis, and R. Anderson, "The development and application of the tripod polishing technique," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 3, pp. 339–340, 2000.
- [189] P. Voyles, J. Grazul, and D. Muller, "Imaging individual atoms inside crystals with adf-stem," *Ultramicroscopy*, vol. 96, no. 3-4, pp. 251–274, 2003.
- [190] L. Giannuzzi and F. Stevie, *Introduction to focused ion beams : instrumentation, theory, techniques, and practice*. Springer Verlag, 2005.
- [191] J. Orloff, "High-resolution focused ion beams," *Review of Scientific Instruments*, vol. 64, no. 5, pp. 1105–1130, 1993.
- [192] S. Rubanov and P. Munroe, "Fib-induced damage in silicon," *Journal of Microscopy*, vol. 214, no. Part 3, pp. 213–221, 2004.
- [193] T. Ishitani, K. Umemura, T. Ohnishi, T. Yaguchi, and T. Kamino, "Improvements in performance of focused ion beam cross-sectioning : aspects of ion-sample interaction," *Journal of electron microscopy*, vol. 53, no. 5, pp. 443–449, 2004.
- [194] L. Giannuzzi and F. Stevie, "A review of focused ion beam milling techniques for tem specimen preparation," *Micron*, vol. 30, no. 3, pp. 197–204, 1999.
- [195] M. Russo, M. Maazouz, L. Giannuzzi, C. Chandler, M. Utlaut, and B. Garrison, "Trench formation and lateral damage induced by gallium milling of silicon," *Applied Surface Science*, vol. 255, no. 4, pp. 828–830, 2008. Proceedings of the Sixteenth International Conference on Secondary Ion Mass Spectrometry, SIMS XVI.
- [196] Y. Wang, A. Domenicucci, M. Kawasaki, J. Bruley, M. Gribelyuk, and J. Gaudiello, "Electron holography with variable magnification for semiconductor device characterization," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 11, no. Supplement.
- [197] N. Kato, Y. Kohno, and H. Saka, "Side-wall damage in a transmission electron microscopy specimen of crystalline si prepared by focused ion beam etching," *Journal of vacuum science and technology B*, vol. 17, no. 4, Part 1, pp. 1201–1204, 1999.
- [198] T. Ishitani and T. Yaguchi, "Cross-sectional sample preparation by focused ion beam : A review of ion-sample interaction," *Microscopy research and technique*, vol. 35, no. 4, 1996.
- [199] J. McCaffrey, M. Phaneuf, and L. Madsen, "Surface damage formation during ion-beam thinning of samples for transmission electron microscopy," *Ultramicroscopy*, vol. 87, no. 3, pp. 97–104, 2001.
- [200] B. Schmidt, L. Bischoff, and J. Teichert, "Writing fib implantation and subsequent anisotropic wet chemical etching for fabrication of 3d structures in silicon," *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 61, no. 1-3, pp. 369–373, 1997. Proceedings of EUROSENSORS X.
- [201] S. Rubanov and P. Munroe, "The effect of the gold sputter-coated films in minimising damage in fib-produced tem specimens," *Materials Letters*, vol. 57, no. 15, pp. 2238–2241, 2003.
- [202] R. Langford and A. Petford-Long, "Preparation of transmission electron microscopy cross-section specimens using focused ion beam milling," *Journal of Vacuum science and technology A : vacuum, surfaces, and films*, vol. 19, p. 2186, 2001.

- [203] M. Overwijk, F. van den Heuvel, and C. Bulle-Lieuwma, "Novel scheme for the preparation of transmission electron microscopy specimens with a focused ion beam," *Journal of Vacuum Science and Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures*, vol. 11, no. 6, pp. 2021–2024, 1993.
- [204] R. Young, E. Kirk, D. Williams, and H. Ahmed, "Fabrication of planar and cross-sectional tem specimens using a focused ion beam," in *Material Research Society Symposium Proceeding*, vol. 199, pp. 205–216, 1990.
- [205] G. Thompson, M. Miller, and H. Fraser, "Some aspects of atom probe specimen preparation and analysis of thin film materials," *Ultramicroscopy*, vol. 100, no. 1-2, pp. 25–34, 2004.
- [206] J. Ziegler, J. Biersack, and U. Littmark, *The stopping and range of ions in matter*. Pergamon, New York, 1985.
- [207] S. Morris, B. Obradovic, S. Yang, and A. Tasch, "Modeling of Boron, Phosphorus and Arsenic Implants into Single-Crystal Silicon over a Wide Energy Range (Few keV to Several MeV)," in *International Electron Devices Meeting*, pp. 721–724, 1996.
- [208] I. Chakarov and R. Webb, "Crystal-binary collision simulation of atomic collisions and dynamic damage buildup in crystalline silicon," *Radiation Effects and Defects in Solids*, vol. 130, no. 1, pp. 447–452, 1994.
- [209] W. Boxleitner, G. Hobler, V. Klüppel, and H. Cerva, "Simulation of topography evolution and damage formation during tem sample preparation using focused ion beams," *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, B*, vol. 175, pp. 102–107, 2001.
- [210] S. Strauss, C. Zechner, A. Terterian, R. Gautschi, A. Erlebach, and A. Scholze, "Analytic model for ion channeling in successive implantations in crystalline silicon," *Materials Science and Engineering : B*, vol. 124, pp. 376–378, 2005.
- [211] H. Gnaser, A. Brodyanski, and B. Reuscher, "Focused ion beam implantation of Ga in Si and Ge : fluence-dependent retention and surface morphology," *Surface and Interface Analysis*, vol. 40, no. 11, pp. 1415–1422, 2008.
- [212] D. Delille, R. Pantel, and E. V. Cappellen, "Crystal thickness and extinction distance determination using energy filtered cbed pattern intensity measurement and dynamical diffraction theory fitting," *Ultramicroscopy*, vol. 87, no. 1-2, pp. 5–18, 2000.
- [213] P. Doyle and P. Turner, "Relativistic hartree-fock x-ray and electron scattering factors," *Acta Crystallographica Section A : Crystal Physics, Diffraction, Theoretical and General Crystallography*, vol. 24, no. 3, pp. 390–397, 1968.
- [214] A. Twitchett-Harrison, T. Yates, R. Dunin-Borkowski, and P. Midgley, "Quantitative electron holographic tomography for the 3d characterisation of semiconductor device structures," *Ultramicroscopy*, vol. 108, no. 11, pp. 1401–1407, 2008. Proceedings of the Eleventh Conference on Frontiers of Electron Microscopy in Materials Science.
- [215] T. Chou and M. Libera, "Mean free paths for inelastic electron scattering in silicon and polystyrene nanospheres," *Ultramicroscopy*, vol. 94, no. 1, pp. 31–35, 2003.
- [216] M. McCartney and M. Gajdardziska-Josifovska, "Absolute measurement of normalized thickness,  $t/[\lambda]i$ , from off-axis electron holography," *Ultramicroscopy*, vol. 53, no. 3, pp. 283–289, 1994.
- [217] K. Iakoubovskii, K. Mitsuishi, Y. Nakayama, and K. Furuya, "Thickness measurements with electron energy loss spectroscopy," *Microscopy Research and Technique*, vol. 71, no. 8, 2008.
- [218] Q. Jin, "Thickness measurements of a tem foil and its surface layer by electron energy-loss spectroscopy," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 10, no. 102, pp. 882–883, 2004.



- [219] P. Fazzini, P. Merli, G. Pozzi, and F. Ubaldi, "Effects of beam-specimen interaction on the observation of reverse-biased pn junctions by electron interferometry," *Physical Review B*, vol. 72, no. 8, p. 85312, 2005.
- [220] M. Beleggia, P. Fazzini, P. Merli, and G. Pozzi, "Influence of charged oxide layers on TEM imaging of reverse-biased pn junctions," *Physical Review B*, vol. 67, no. 4, p. 45328, 2003.
- [221] L. Houben, M. Luysberg, and T. Brammer, "Illumination effects in holographic imaging of the electrostatic potential of defects and pn junctions in transmission electron microscopy," *Physical Review B*, vol. 70, no. 16, p. 165313, 2004.
- [222] D. Cooper, R. Truche, A. Twitchett-Harrison, R. Dunin-Borkowski, and P. Midgley, "Quantitative off-axis electron holography of gaas p-n junctions prepared by focused ion beam milling," *Journal Of Microscopy*, vol. 233, no. 1, pp. 102–113, 2009.
- [223] D. Cooper, R. Truche, and J. Rouviere, "Reduction of electrical damage in specimens prepared using focused ion beam milling for dopant profiling using off-axis electron holography," *Ultramicroscopy*, vol. 108, no. 5, pp. 488–493, 2008.
- [224] D. Cooper, A. Twitchett, P. Somodi, P. Midgley, R. Dunin-Borkowski, I. Farrer, and D. Ritchie, "Improvement in electron holographic phase images of focused-ion-beam-milled gaas and si p-n junctions by in situ annealing," *Applied Physics Letters*, vol. 88, no. 6, 2006.
- [225] M. McCartney, "Characterization of charging in semiconductor device materials by electron holography," *Journal of electron microscopy*, vol. 54, no. 3, p. 239, 2005.
- [226] "www.silvaco.com."
- [227] E. Filatova, A. Sokolov, E. Taracheva, and I. V. Bagrov, "Studying natural oxide on the surface of n-Si(111), n-Si(100), and p-Si(111) single crystal wafers by X-ray reflection spectroscopy," *Technical Physics Letters*, vol. 35, no. 1, pp. 70–72, 2009.
- [228] A. Twitchett, R. Dunin-Borkowski, R. Hallifax, R. Broom, and P. Midgley, "Off-axis electron holography of electrostatic potentials in unbiased and reverse biased focused ion beam milled semiconductor devices," *Journal of Microscopy*, vol. 214, no. 3, pp. 287–296, 2004.
- [229] A. Twitchett, R. Dunin-Borkowski, and P. Midgley, "Quantitative electron holography of biased semiconductor devices," *Physical review letters*, vol. 88, no. 23, p. 238302, 2002.
- [230] D. Cooper, *Off-Axis electron holography of focused ion beam prepared semiconductor devices*. PhD thesis, Cambridge University, 2006.
- [231] U. Shaislamov, J. Yang, J. Yoo, H. Seo, K. Park, C. Choi, T. Hong, and B. Yang, "Two-dimensional dopant profiling in semiconductor devices by electron holography and chemical etching delineation techniques with the same specimen," *Microelectronics Reliability*, vol. 48, no. 10, pp. 1734–1736, 2008.

# ANNEXES

## A : Modèle de formation de défauts par FIB

Cette annexe présente la formulation mathématique du modèle présenté dans le chapitre III permettant de retrouver le profil de défauts introduits dans le silicium par la préparation FIB. L'ensemble des nombreuses variables utilisées sont synthétisées dans le tableau (A.1).

Soit  $\alpha_{FIB}$  l'angle de gravure d'une lamelle par FIB et  $\theta$  l'angle entre le front de gravure ligne par ligne et le faisceau (voir la figure (A.1)(c)). La simulation Monte Carlo de l'implantation de gallium prend comme paramètres : l'angle d'incidence  $\theta$ , l'énergie  $E_{ion}$  et la dose  $D_{Ga_{MC}}$  des ions implantés. Une concentration ionique  $C_{Ga_0}(z)$  est rendue par le code *TAURUS*.

$$C_{Ga_0}(z) = F_1(\theta, E_{ion}, D_{Ga_{MC}}). \quad (A.1)$$

Nous projetons cette concentration selon l'axe  $z$ , normal à la paroi, afin d'obtenir la concentration Monte Carlo en profondeur  $C_{Ga_{MC}}$  :

$$C_{Ga_{MC}}(z) = \frac{1}{\cos(\theta - \alpha_{FIB})} \times C_{Ga_0}(\cos(\theta - \alpha_{FIB}) \times z) \quad (A.2)$$

Les concentrations  $C_{Ga_{MC}}$  et  $C_{Ga_0}$  vérifient :

$$D_{Ga_{MC}} = \int_0^\infty C_{Ga_{MC}}(z) dz = \int_0^\infty C_{Ga_0}(z) dz. \quad (A.3)$$

D'après la loi statistique des grands nombres, la loi de probabilité de présence d'un ion  $P_{Ga_{MC}}(z)$  est reliée au profil  $C_{Ga_{MC}}(z)$  par :

$$P_{Ga_{MC}}(z) = \frac{C_{Ga_{MC}}(z)}{D_{Ga_{MC}}}. \quad (A.4)$$

Lors d'une implantation sans pulvérisation, L'influence des ions en profondeur est limitée, il existe donc une profondeur  $z_{max}$  au delà de laquelle la probabilité de présence d'un ion ou d'un défaut est nulle :

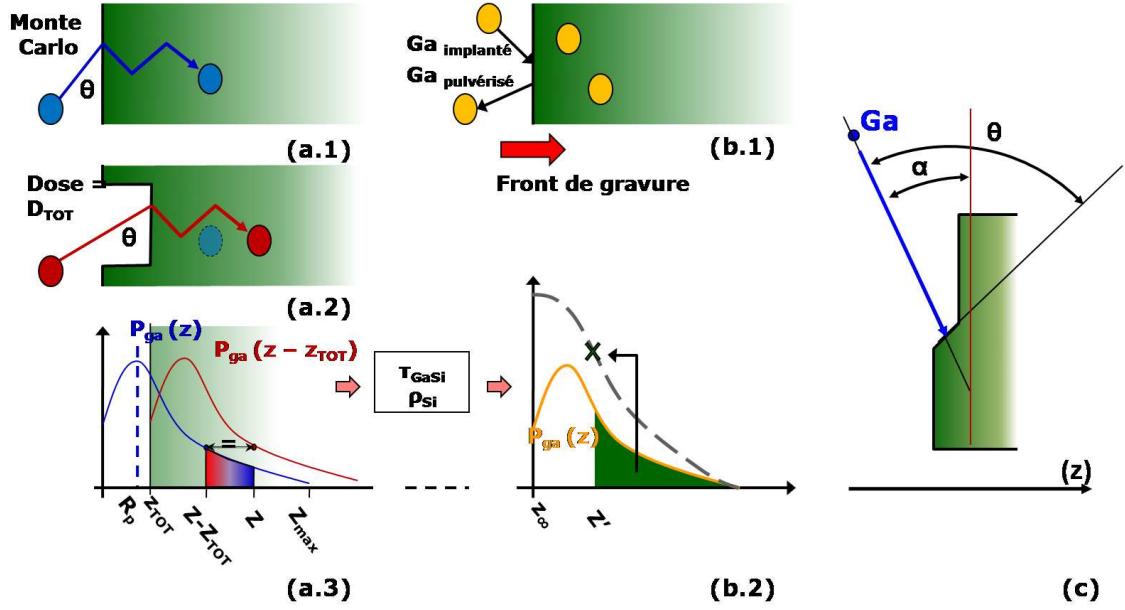
$$z_{max} < z \Rightarrow P_{Ga_{MC}}(z) = 0. \quad (A.5)$$

En prenant pour origine l'interface initiale vide silicium, une dose discrète  $\delta(D)$  introduit une concentration de gallium :

$$\delta(C_{Ga})(z) = P_{Ga_{MC}}(z) \delta(D). \quad (A.6)$$

Après exposition à cette dose  $\delta(D)$ , l'échantillon est pulvérisé sur une profondeur :

$$\delta(z) = \delta(D) \times \frac{\tau_{GaSi}}{\rho_{Si}}. \quad (A.7)$$



**FIGURE A.1** – Schéma d'implantation avec prise en compte de la dose (a) et situation d'équilibre atteinte pour une dose infinie (b). La probabilité de présence du gallium en fonction de la profondeur dépend de la position de l'interface vide-silicium. La concentration finale du gallium se retrouve en intégrant la courbe  $P_{Ga}(z)$  entre la profondeur considérée et la profondeur maximale et en considérant le taux de pulvérisation et la densité du silicium.

Avec  $\rho_{Si}$  la densité du silicium et  $\tau_{Si}$  le taux de pulvérisation du silicium par le gallium. Après pulvérisation par une dose totale  $D_{tot}$ , l'interface vide silicium se trouve donc à la coordonnée :

$$z_{tot} = D_{tot} \times \frac{\tau_{GaSi}}{\rho_{Si}} \quad (\text{A.8})$$

(figure (A.1)(a.3)).

La concentration de gallium introduits par une dose  $\delta(D)$  à cette étape correspond à la concentration explicitée dans l'équation (A.6), avec la nouvelle interface vide silicium comme référence :

$$\delta(C_{Ga})(z) = P_{Ga_{MC}}(z - z_{tot})\delta(D) = P_{Ga_{MC}}(z - D_{tot} \times \frac{\tau_{GaSi}}{\rho_{Si}})\delta(D) \quad (\text{A.9})$$

Une dose  $D_{tot}$  introduit une concentration complète égale à la somme des  $\delta(C_{Ga})(z)$  infinitésimaux suivant la progression du front de gravure :

$$C_{Ga}(z) = \int_0^{D_{tot}} P_{Ga_{MC}}(z - D \times \frac{\tau_{GaSi}}{\rho_{Si}}) dD = \int_0^{z_{tot}} \frac{\rho_{Si}}{\tau_{GaSi}} \times P_{Ga_{MC}}(z - x) dx. \quad (\text{A.10})$$

Pour avoir un sens physique,  $z$  doit se trouver au delà de la profondeur pulvérisée  $z_{tot}$ , ce qui impose :

$$z > z_{tot}. \quad (\text{A.11})$$

Pour simuler l'état d'équilibre atteint lors de la gravure, nous faisons tendre la dose vers l'infini. Soit  $z'$  la coordonnée dans le matériau dont la référence est le front de gravure  $z_{\infty}$ .

$$z' = z - z_{\infty}. \quad (\text{A.12})$$

La dose  $D_\infty$  et la position  $z_\infty$  sont liées selon le même modèle que l'équation (A.8)(figure (A.1)(b)). En introduisant la dose  $D_\infty$  infinie dans l'équation (A.10), avec les hypothèses de l'équation (A.5), et avec  $z_\infty$  comme référence, nous déduisons la concentration à l'équilibre :

$$\begin{aligned} C_{Ga_{EQ}}(z') &= C_{Ga}(z) \\ C_{Ga_{EQ}}(z') &= \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}}} \int_0^{z_\infty} P_{Ga_{MC}}(z_\infty + z' - x) dx \\ C_{Ga_{EQ}}(z') &= \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}}} \int_{z'}^{z_{max}} P_{Ga_{MC}}(x) dx. \end{aligned}$$

A partir de cette expression nous pouvons calculer une dose équivalente avec pulvérisation, correspondant à la quantité de gallium présente dans une paroi à l'équilibre :

$$D_{Ga} = \int_0^\infty \left( \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}}} \int_z^{z_{max}} P(x) dx \right) dz = \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}}} \int_0^{z_{max}} z P(z) dz. \quad (A.13)$$

Cette dose  $D_{Ga}$  doit être proche de  $D_{Ga_{MC}}$ , liée à la simulation Monte Carlo initiale.

Le même modèle est appliqué à la concentration d'interstitiels  $C_{I_0}$  et de lacunes  $C_{V_0}$ . Si  $C_{X_0}$  est la concentration de défauts (lacune :  $X = V$ , ou interstitiel :  $X = I$ ) extraite de la simulation Monte Carlo.

$$C_{X_0} = F_2(\theta, E_{ion}, D_{Ga_{MC}}).C_{X_{MC}}(z) = \frac{1}{\cos(\theta - \alpha_{FIB})} \times C_{Ga_0}(z \cos(\theta - \alpha_{FIB})). \quad (A.14)$$

Soit  $D_{X_{MC}}$  la dose équivalente de défauts, les concentrations  $C_{X_{MC}}$  et  $C_{X_0}$  vérifient :

$$D_{X_{MC}} = \int_0^\infty C_{X_{MC}}(z) dz = \int_0^\infty C_{X_0}(z) dz. \quad (A.15)$$

Nous définissons  $\Gamma_X$ , le taux de formation de défauts par impact ionique, par la relation entre la dose de lacunes  $D_{X_{MC}}$  et la dose de gallium  $D_{Ga_{MC}}$  :

$$\Gamma_X = \frac{D_{X_{MC}}}{D_{Ga_{MC}}} \quad (A.16)$$

$P_{X_{MC}}(z)$  est la loi de probabilité de présence d'un défaut en fonction de la profondeur.

$$P_{X_{MC}}(z) = \frac{C_{Ga_{MC}}(z)}{D_{Ga_{MC}} \times \Gamma_X}. \quad (A.17)$$

Nous utilisons également  $R_{X_{MC}}(z)$ , la fonction de répartition des défauts, définie par :

$$R_{X_{MC}}(z) = \Gamma_X \times P_{X_{MC}}(z). \quad (A.18)$$

Une dose  $\delta(D)$  de gallium introduit une concentration de défauts :

$$\delta(C_X(z)) = \Gamma_X \times P_{X_{MC}}(z) \delta(D) = R_{X_{MC}}(z) \delta(D). \quad (A.19)$$

D'après l'équation (A.8) et l'équation (A.19), la concentration de défauts résultant d'une dose complète de gallium  $D_{tot}$  vaut :

$$C_X(z) = \int_0^{D_{tot}} R_{X_{MC}}(z - D \times \frac{\tau_{Ga_{Si}}}{\rho_{Si}}) dD = \int_0^{z_{tot}} \frac{\rho_{Si}}{\tau_{Ga_{Si}}} \times R_{X_{MC}}(z - x) dx. \quad (A.20)$$

La situation d'équilibre impose :

$$\begin{aligned}
 C_{X_{EQ}}(z') &= C_X(z) \\
 C_{X_{EQ}}(z') &= \frac{\rho Si}{\tau_{GaSi}} \int_0^{z_\infty} R_{X_{MC}}(z_\infty + z' - x) dx \\
 C_{X_{EQ}}(z') &= \frac{\rho Si}{\tau_{GaSi}} \int_{z'}^{z_{max}} R_{X_{MC}}(x) dx.
 \end{aligned} \tag{A.21}$$

Finalement, nous obtenons :

$$C_{Ga_{EQ}}(z') = \frac{\rho Si}{\tau_{GaSi} \times \cos(\theta - \alpha_{FIB})} \int_{z'}^{z_{max}} \frac{C_{Ga_0}(x \times \cos(\theta - \alpha_{FIB}))}{D_{Ga_{MC}}} dx. \tag{A.22}$$

$$C_{I_{EQ}}(z') = \frac{\rho Si}{\tau_{GaSi} \times \cos(\theta - \alpha_{FIB})} \int_{z'}^{z_{max}} \frac{C_{I_0}(x \times \cos(\theta - \alpha_{FIB}))}{D_{Ga_{MC}}} dx. \tag{A.23}$$

$$C_{V_{EQ}}(z') = \frac{\rho Si}{\tau_{GaSi} \times \cos(\theta - \alpha_{FIB})} \int_{z'}^{z_{max}} \frac{C_{V_0}(x \times \cos(\theta - \alpha_{FIB}))}{D_{Ga_{MC}}} dx. \tag{A.24}$$

<b>Simulation Monte Carlo sans pulvérisation</b>	
Concentration de gallium simulée par Monte Carlo en fonction de la profondeur (z)	$C_{Ga0}(z)$
Concentration Monte Carlo de gallium projetée sur la normale à la paroi	$C_{Ga_{MC}}(z)$
Dose totale de gallium simulée par Monte Carlo	$D_{Ga_{MC}}$
Loi de probabilité de présence d'un ion en fonction de la profondeur (z)	$P_{Ga_{MC}}(z)$
Concentration d'interstitiels simulée par Monte Carlo en fonction de la profondeur (z)	$C_{I_0}(z)$
Concentration Monte Carlo d'interstitiels projetée sur la normale à la paroi	$C_{I_{MC}}(z)$
Dose totale d'interstitiels simulée par Monte Carlo	$D_{I_{MC}}$
Loi de probabilité de présence d'un interstitiel en fonction de la profondeur (z)	$P_{I_{MC}}(z)$
Fonction de répartition d'un interstitiel en fonction de la profondeur (z)	$R_{I_{MC}}(z)$
Taux de formation de lacune par ion incident	$\Gamma_I$
Concentration de lacunes simulée par Monte Carlo en fonction de la profondeur (z)	$C_{V_0}(z)$
Concentration Monte Carlo de gallium projetée sur la normale à la paroi	$C_{V_{MC}}(z)$
Dose totale de lacunes simulée par Monte Carlo	$D_{V_{MC}}$
Loi de probabilité de présence d'une lacune en fonction de la profondeur (z)	$P_{V_{MC}}(z)$
Fonction de répartition d'une lacune en fonction de la profondeur (z)	$R_{V_{MC}}(z)$
Taux de formation de lacune par ion incident	$\Gamma_V$
Angle entre le front de gravure ligne par ligne et le faisceau	$\theta$
Angle de gravure	$\alpha_{FIB}$
Energie des ions incidents	$E_{ion}$
<b>Constantes</b>	
Taux de pulvérisation du silicium par le gallium	$\tau_{GaSi}$
Densité volumique du silicium	$\rho_{Si}$
<b>Variables intermédiaires</b>	
Position de l'interface initiale vide-silicium	$z_0$
Position du front de gravure (interface vide-silicium à tout instant)	$z_1$
Profondeur au-delà de laquelle la probabilité de trouver un ion ou un défaut est nulle (en simulation Monte Carlo)	$z_{max}$
Dose de gallium implantée à un instant donné de la simulation	$D_{tot}$
Variable d'intégration (Dose)	$D$
Variable d'intégration (profondeur)	$x$
<b>Variables finales avec pulvérisation</b>	
Concentration de gallium en fonction de la distance à l'interface d'origine (z)	$C_{Ga}(z)$
Concentration de gallium en fonction de la profondeur (z')	$C_{Ga_{EQ}}(z')$
Dose équivalente de gallium	$D_{Ga}$
Concentration d'interstitiels en fonction de la profondeur (z')	$C_{I_{EQ}}(z')$
Dose équivalente d'interstitiels	$D_I$
Concentration de lacunes en fonction de la profondeur (z')	$C_{V_{EQ}}(z')$
Dose équivalente de lacunes	$D_V$

TABLE A.1 – Récapitulatif des variables utilisées dans cette section

B : Transistors de test As\_1, As\_2, et As\_3.

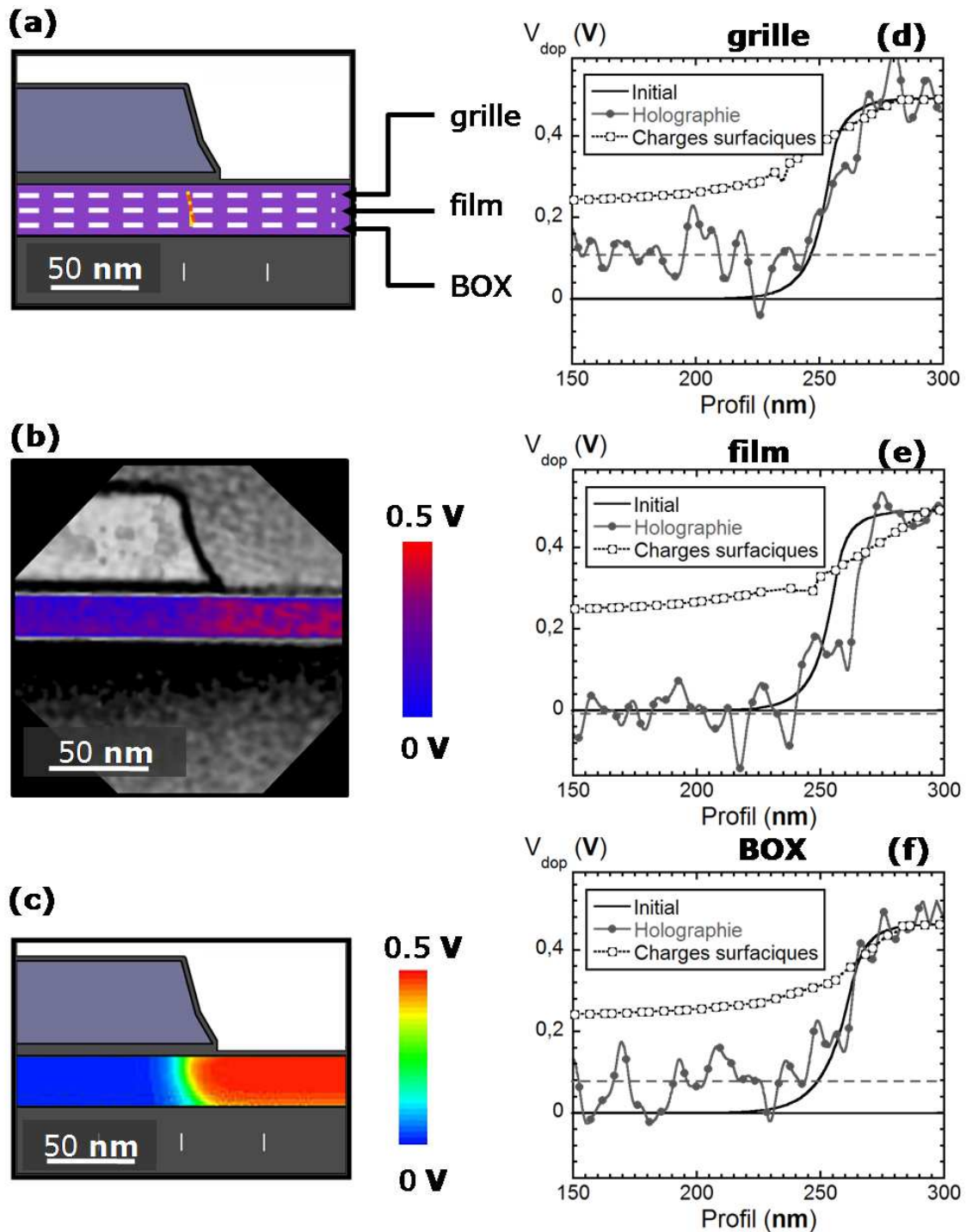
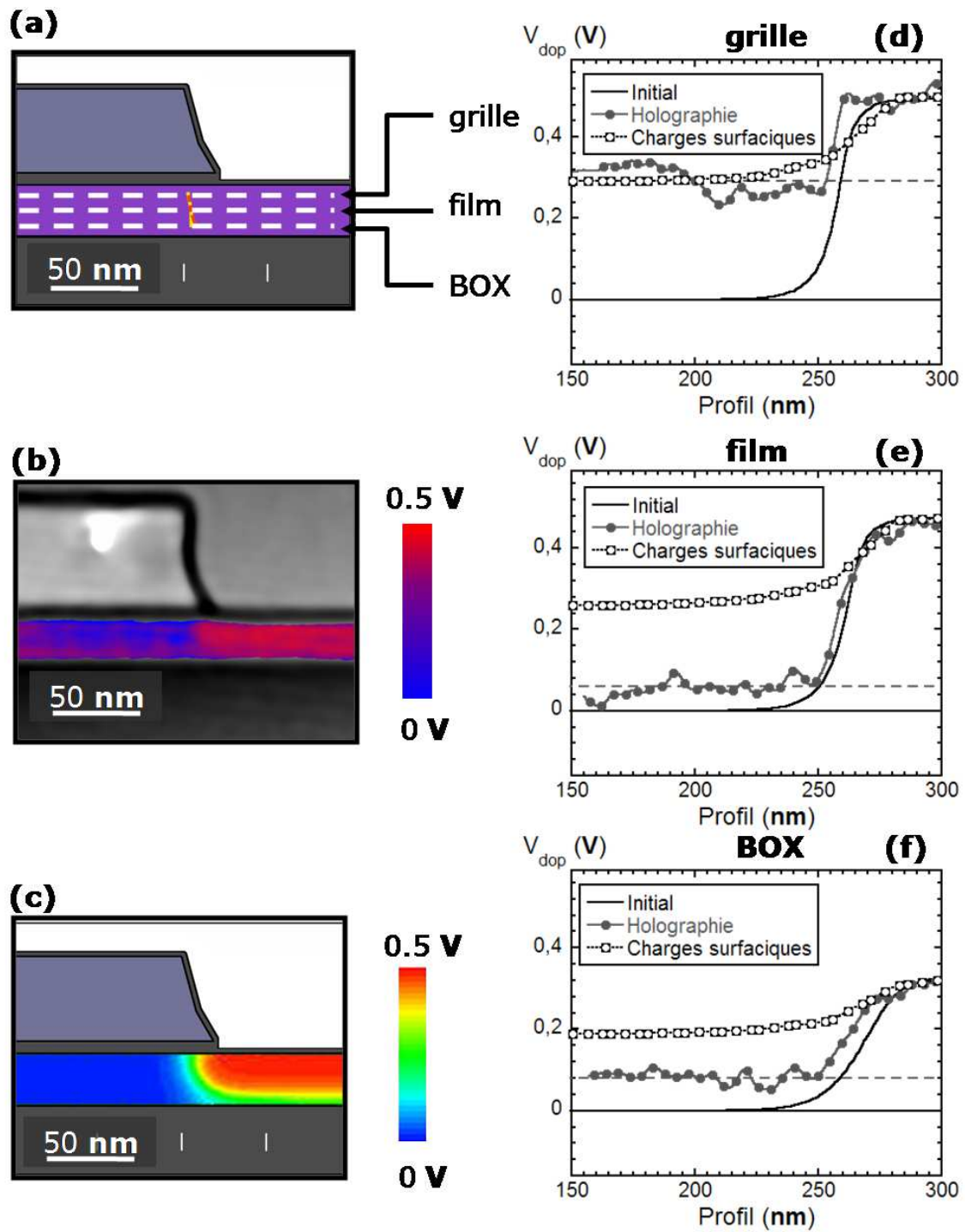


FIGURE B.1 – Transistor As\_1. Bruit important, peu fiable.



**FIGURE B.2** – Transistor As\_2. Les profils expérimentaux de (e) et (f) fournissent une excellente estimation de la simulation.



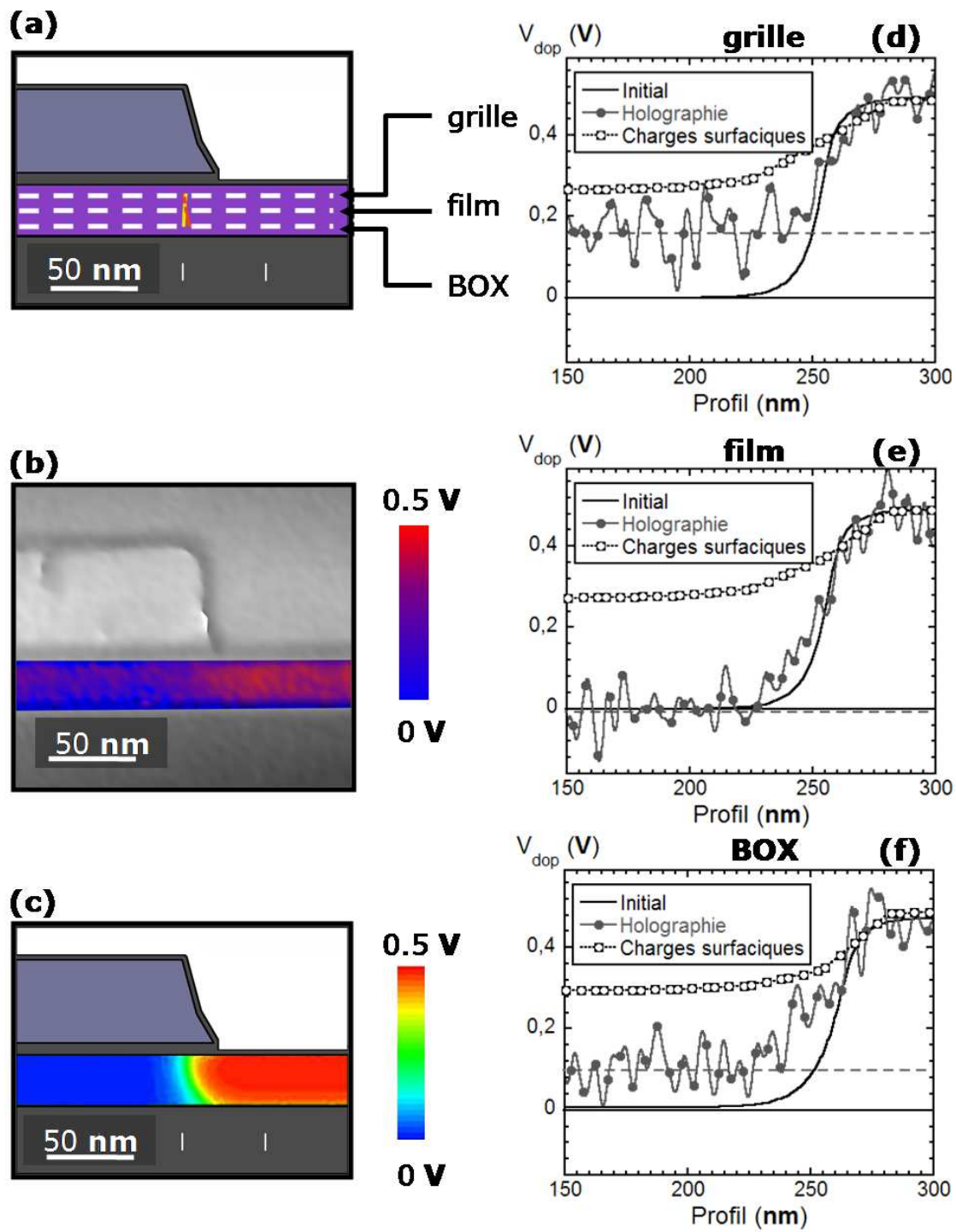


FIGURE B.3 – Transistor As\_3. Meilleure estimation du potentiel à mi-distance entre la grille et l'oxyde enterré. Meilleure résolution spatiale.

## C : Publications réalisées par l'auteur

C.Ailliot : "*Utilisation de l'holographie électronique pour la caractérisation 2D des dopants au LETI et à STM.*" Rapport technique interne, 2009.

D. Cooper, C. Ailliot, R. Truche, J-P. Barnes, J-M. Hartmann, and F. Bertin : "*Experimental off-axis electron holography of focused ion beam-prepared Si p-n junctions with different dopant concentrations.*" Journal of Applied Physics, **104(6)**, 2008.

D. Cooper, C. Ailliot, J-P. Barnes, J-M. Hartmann, P. Salles, G. Benassayag and R.E. Dunin-Borkowski : "*Dopant profiling of focused ion beam milled semiconductors using off-axis electron holography; reducing artifacts, extending detection limits and reducing the effects of gallium implantation.*" Ultramicroscopy, **110(5)**, 2010.